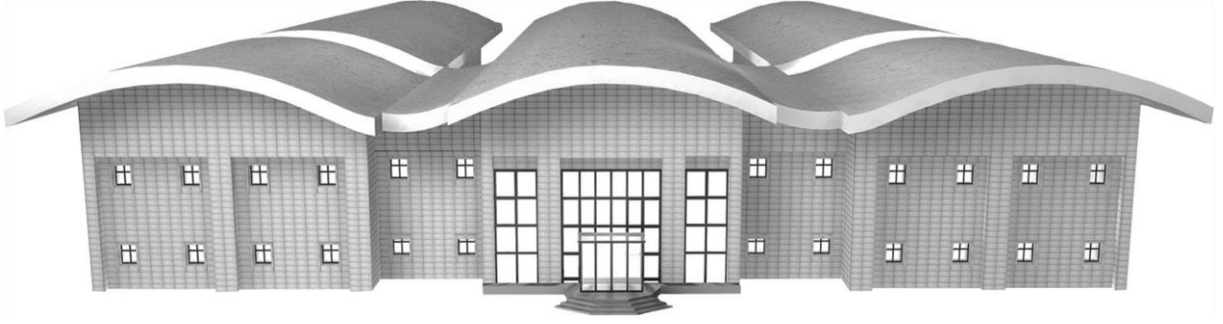




**T.C.**  
**GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĐI**  
**Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü**

**TS EN ISO/IEC 17043/4.8**



# **YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**

**Kırmızıbiberde Aflatoksin Saptanması**  
**UGRL YT Raporu – TOK006**  
**Ekim – Aralık 2017**

## GENEL BİLGİLER

**YT Çevrimi Adı:** Kırmızıbiberde Aflatoksin Saptanması

**YT Çevrimi Kodu:** TOK006

**Test Materyali Gönderme Tarihi:** 31/10/2017

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 17/11/2017

**Rapor Yayın Tarihi:** 15/12/2017

**Raporu Hazırlayan(lar):**

  
Dr. Gülm ÇETİNKAYA  
Mikotoksin Birimi


**Çevrim Koordinatörü:**

  
Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Mikotoksin Birim Sorumlusu

**YT Koordinatörü:**

  
Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

**Raporu Onaylayan:**

  
Dr. Berrin ŞENÖZ  
MÜDÜR

**YT Düzenleyici**

ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

Fatih Sultan Mehmet Bulvarı, No:70, 06170,

Yenimahalle – ANKARA

**Tel.:** 0312 327 41 81

**Faks:** 0312 327 41 56

**e-posta:** ugrl@tarim.gov.tr

**Web:** http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans

**İÇİNDEKİLER**

ÖZET.....	<b>HATA! YER İŞARETİ TANIMLANMAMIŞ.</b>
1. GİRİŞ.....	5
2. GİZLİLİK.....	5
3. TEST MATERYALİ.....	6
3.1. HAZIRLAMA.....	6
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK.....	6
3.3. DAĞITIM.....	6
4. SONUÇLAR.....	8
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	8
5.1. ATANMIŞ DEĞER.....	8
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	8
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME.....	9
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI.....	9
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	19
7. GÖZLEMLER.....	21
8. REFERANSLAR.....	21

**TABLolar**

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	4
Tablo 2. Homojenlik değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu.....	7
Tablo 3. Kararlılık değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu.....	7
Tablo 4. Her Bir Analit İçin Özet İstatistik Değerlendirmesi.....	10
Tablo 5. Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları.....	10
Tablo 6. $ z  \leq 2$ Aralığında Yer Alan z-skoru Sayısı ve Yüzdesi.....	10
Tablo 7. Katılımcı Sonuçlarının Özeti ve z-skorları ( $ z  > 2$ aralığında Yer Alan z-skorları Kırmızı ile İşaretlenmiş Şekilde Gösterilmektedir).....	11
Tablo 8. Katılımcı Analiz Bilgileri.....	19

**ŞEKİLLER**

Şekil 1. Aflatoksin B1 z-skorları Histogramı.....	14
Şekil 2. Aflatoksin B2 z-skorları Histogramı.....	15
Şekil 3. Aflatoksin G1 z-skorları Histogramı.....	16
Şekil 4. Aflatoksin G2 z-skorları Histogramı.....	17
Şekil 5. Toplam Aflatoksin z-skorları Histogramı.....	18

**ÖZET**

Laboratuvar Müdürlüğümüz tarafından “Kırmızıbiberde Aflatoksin Saptanması” yeterlilik testi çevrimi (10)’u kamu ve (42)’si özel laboratuvar olmak üzere toplam (52) laboratuvarın başvurusu ile düzenlenmiştir.

Aflatoksin (AFL) içeriklerinin analiz edilmesi amacıyla TOK006 kodlu Kırmızıbiberde Aflatoksin Saptanması yeterlilik testi materyali başvuruda bulunan katılımcılara 31.10.2017 tarihinde gönderilmiştir.

Bir (1) katılımcının sonuç bildirmemesi üzerine (51) katılımcının sonuçları uygun istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiş ve atanmış değer hesaplanarak katılımcıların performansı ortaya konmuştur.

**Tablo 1.** Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış Değer (X <sub>a</sub> ) µg/kg	z ≤ 2 skor sayısı	Toplam skor sayısı	%  z ≤ 2
AFL B1	8,16	49	51	96
AFL B2	4,24	48	50	96
AFL G1	7,06	47	50	94
AFL G2	3,87	44	50	88
Toplam AFL	23,45	50	51	98

## 1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardında laboratuvarlar arası karşılaştırma yoluyla önceden ortaya konmuş ölçütlere göre katılımcının performansının değerlendirilmesi olarak tanımlanmaktadır. Yeterlilik testleri, katılımcı laboratuvarların yetkinliğinin bağımsız bir şekilde değerlendirilmesini amaçlamaktadır. Geçerliliği sağlanmış metotlarla ve iç kalite kontrol unsurları ile birlikte kullanıldıklarında yeterlilik testleri laboratuvar kalite güvencesinin vazgeçilmez bir unsurudur.

Yeterlilik testi sonuçları, bir dış kalite kontrol aracı olarak laboratuvarların deney sonuçlarının kalitesinin güvencesinin teminine olanak sağlarken; rutin analizlerin tarafsız olarak değerlendirilmesini ve çalışmaların teknik gelişimini teşvik eder geri bildirimlerin elde edilmesine imkan tanır.

UGRL “Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü Kuruluş ve Görev Esaslarına Dair Yönetmelik”i Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra b bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

“Gıda Kontrol Laboratuvarlarının Kuruluş, Görev, Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarının Belirlenmesine Dair Yönetmelik” ‘in kontroller başlıklı 19’ uncu maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır.

## 2. GİZLİLİK

Gizlilik ilkesi doğrultusunda katılımcılar ve sonuçları ile ilgili bilgiler hiçbir koşul altında üçüncü taraflarla paylaşılmamaktadır.

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü tarafından yeterlilik test çevrimine katılımı zorunlu tutulan katılımcılara ait sonuçlar Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü’ ne gizli olarak bildirilmektedir.

### 3. TEST MATERYALİ

#### 3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin (YTM) hazırlanması amacıyla temin edilen toz halde yığın kırmızıbiber materyaline AFL B1, B2, G1 ve G2 standartları ilave edildi ve homojen hale getirildi. Daha sonra yeterlilik test materyali kaplarına her biri yaklaşık 120 gram olacak şekilde aktarılarak etiketlendi ve kaplar sıra ile numaralandırıldı. Numuneler gönderilecekleri güne kadar buzdolabında ( $\sim +4^{\circ}\text{C}$  de) saklandı.

#### 3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Homojenliğin doğrulanması için, bilgisayar ortamında oluşturulan rastgele sayılara göre numaralandırılmış kaplardan seçilerek tekrarlanabilirlik koşulları altında bağımsız şekilde çift tekrarlı analiz yapıldı. Homojenlik, ISO 13528'e göre değerlendirildi [3]. Test materyalinin yeterli homojenliğe sahip olduğu gösterildi. Homojenliğe ait özet bilgi Tablo 2' de verilmektedir.

Kararlılık çalışması eşzamanlı deneysel tasarım kullanılarak planlandı [6]. YTM, test materyali gönderimi ve katılımcı analiz sonucu son bildirim zaman aralığını içerecek şekilde oda sıcaklığında ( $\sim 25^{\circ}\text{C}$ 'de) 21 gün tutuldu. YTM ulaşım koşulları için azami sıcaklık  $45^{\circ}\text{C}$  olarak ve ulaşım süresi 72 saat olarak kararlılık çalışması planlandı. Kontrol amacıyla buzdolabında ( $+4^{\circ}\text{C}$ 'de) bulunan numuneler kullanıldı.

Kararlılığın kontrolü için belirtilen süreler sonunda tekrarlanabilirlik koşulları altında çift tekrarlı analiz yapıldı [1]. Değerlendirme ISO 13528'e göre yapılarak belirtilen sürelerde test materyalinin yeterli kararlılığa sahip olduğu gösterildi. Kararlılığa ait özet bilgi Tablo 3' de verilmektedir.

#### 3.3. DAĞITIM

Buzdolabında ( $+4^{\circ}\text{C}$ 'de) ağzı kilitli alüminyum kaplarda bulunan kırmızıbiber yeterlilik test materyali 31.10.2017 tarihinde 52 laboratuvara aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte üst yazı ve katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu '**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**' katılımcılara iletildi.

**Tablo 2.** Homojenlik deęerlendirmesine ait özet bilgi tablosu

ISO 13528'e göre	AFL B1 (µg/kg)	AFL B2 (µg/kg)	AFL G1 (µg/kg)	AFL G2 (µg/kg)
Ortalama	7,54	4,15	5,40	3,56
$\sigma_{pt}$	1,66	0,91	1,19	0,78
0,3 $\sigma_{pt}$ (kritik deęer)	0,50	0,27	0,36	0,23
$s_x$ (örnek ort. std.sapma)	0,20	0,08	0,10	0,09
$s_w$ (örnekler-içi std.sapma)	0,22	0,14	0,15	0,13
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	0,12	0,00	0,00	0,00
$s_s < 0,3\sigma$	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>

**Tablo 3.** Kararlılık deęerlendirmesine ait özet bilgi tablosu

ANALİT	AFL B1			AFL B2			AFL G1			AFL G2		
	t1	t2	t3	t1	t2	t3	t1	t2	t3	t1	t2	t3
Sıcaklık (~ °C)	+ 4 °C	~25 °C	~45 °C	+ 4 °C	~25 °C	~45 °C	+ 4 °C	~25 °C	~45 °C	+ 4 °C	~25 °C	~45 °C
Süre (gün)	21	21	3	21	21	3	21	21	3	21	21	3
Ortalama	7,26	6,80	6,48	4,01	3,79	3,61	5,26	5,16	4,94	3,26	3,16	3,02
y1 - y2	-	0,460	0,777	-	0,221	0,405	-	0,101	0,323	-	0,093	0,232
u (sıcak.ort.)	-	0,326	0,354	-	0,132	0,203	-	0,283	0,284	-	0,166	0,254
0,3 $\sigma_{pt}$ + u	-	0,824	0,852	-	0,405	0,477	-	0,639	0,640	-	0,401	0,489
y1 - y2  ≤ 0,3 $\sigma_{pt}$ +u		<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>		<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>

## 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan kırmızıbiber YT materyalinde bulunan AFL B1, B2, G1, G2 ve toplam AFL düzeyini tespit etmeleri, geri kazanıma göre düzeltilmiş sonuçları  $\mu\text{g/kg}$  olarak ve geri kazanım değerlerini yüzde olarak ‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU- MİKOTOKSİN’ ‘e kaydetmeleri istendi. Başvuruda bulunan (52) katılımcının (51)’i tarafından form iletildi. İletilen (51) formdan (1) laboratuvara ait formda bildirilmesi gereken AFL B2, AFL G1 ve AFL G2 sonucu bildirilmedi.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından elde edilen uzlaşma değeri kullanıldı. İletilen sonuçlardan atanmış değer belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirildi. Kaba hata tespiti, geri kazanımı bildirilmeyen sonuçların tespiti, tanımlayıcı istatistik, normal dağılıma uygunluk (Shapiro-Wilk genişletilmiş test) değerlendirmesi yanında görsel inceleme (histogram, noktasal grafik, çekirdek yoğunluk kestirimi vb.) yapıldı. Bu değerlendirmelerin sonrasında tüm sonuçlardan sağlam ortalama ve sağlam standart sapma hesaplandı.

### 5.1. ATANMIŞ DEĞER

Sağlam ortalama ve sağlam standart sapma Huber H15 (c: 1,5 ve yakınsama kriteri:  $1e-4$ ) yöntemiyle belirlendi [5, 7]. Sağlam ortalama atanmış değer ( $x_{pt}$ ) olarak alındı ve belirsizliği  $u(x_{pt})$  sağlam standart sapma ile hesaplandı [3]. Atanmış değer belirsizliği aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

$$u(x_{pt}) = 1,25 \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

$s^*$ : Sağlam (robust) standart sapma

### 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi ile hesaplandı. Konsantrasyonu 120 ppb’den düşük analitler için kullanılan aşağıdaki eşitlik ile  $\sigma_{pt}$  hesaplanmıştır [4].



$$\sigma_{pt} = 0,22 \times c$$

$c$ : analit konsantrasyonu (atanmış değer), boyutsuz kütle oranı şeklinde ifade edilir (ör. 1 ppb =  $10^{-9}$ )

### 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528 'e göre olarak z-skoru cinsinden ifade edilmektedir.

$$z = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

$x_i$ : katılımcı tarafından raporlanan ölçüm sonucu

$x_{pt}$ : atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : yeterlilik standart sapması

Katılımcıların atanmış değerden sapmalarını yeterlilik standart sapması yardımıyla kıyaslayan z-skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır:

$ z  \leq 2$	Uygun sonuç
$2 <  z  < 3$	Sorgulanabilir sonuç
$ z  \geq 3$	Uygun olmayan sonuç

### 5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4' de, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları Tablo 5'de,  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 6'da verilmektedir. Katılımcıların sonuç bildirim formu ile beyan ettikleri sonuçlar z-skorları ile birlikte Tablo 7' de özetlenmektedir ve Şekil 1, 2, 3, 4 ve 5'de histogram ile gösterilmektedir.

**Tablo 4.** Her Bir Analit İçin Özet İstatistik Değerlendirmesi

	AFL B1	AFL B2	AFL G1	AFL G2	Toplam AFL
Sonuç sayısı	51	50	50	50	51
Sonuç aralığı (µg/kg)	4,08-12,85	1,41-6,68	2,75-11,04	0,32-6,12	12,11-32,42
Sonuçların ortancası (µg/kg)	8,23	4,20	7,14	3,84	23,48
Sonuçların ortalaması (µg/kg)	8,19	4,24	7,07	3,81	23,27
Atanmış değer (µg/kg)	<b>8,16</b>	<b>4,24</b>	<b>7,06</b>	<b>3,87</b>	<b>23,45</b>
Yeterlilik standart sapması	1,80	0,93	1,55	0,85	5,16
$ z  \leq 2$ sonuç sayısı	49	48	47	44	50
$2 <  z  \leq 3$ sonuç sayısı	2	2	3	4	1
$ z  > 3$ sonuç sayısı	0	0	0	2	0

**Tablo 5.** Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları

Analit	Veri sayısı, $n$	Atanmış değer, $x_{pt}$ , birim	Belirsizlik, $u$	Yeterlilik standart sapması, $\sigma_{pt}$ , birim
AFL B1	51	8,16	0,2459	1,80
AFL B2	50	4,24	0,1302	0,93
AFL G1	50	7,06	0,2112	1,55
AFL G2	50	3,87	0,1738	0,85
Toplam AFL	51	23,45	0,6328	5,16

**Tablo 6.**  $|z| \leq 2$  Aralığında Yer Alan z-skoru Sayısı ve Yüzdesi

Analit	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z  \leq 2$ yüzdesi %
AFL B1	49	51	96
AFL B2	48	50	96
AFL G1	47	50	94
AFL G2	44	50	88
Toplam AFL	50	51	98

**Tablo 7.** Katılımcı Sonuçlarının Özeti ve z-skorumları (  $|z| > 2$  aralığında Yer Alan z-skorumları Kırmızı ile İşaretlenmiş Şekilde Gösterilmektedir)

Lab. Kodu	AFL B1			AFL B2			AFL G1			AFL G2			Toplam AFL		
	Atanmış Değer	8,16 µg/kg		Atanmış Değer	4,24 µg/kg		Atanmış Değer	7,06 µg/kg		Atanmış Değer	3,87 µg/kg		Atanmış Değer	23,45 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
1	6,43	92	-1,0	4,16	81,3	-0,1	6,20	92	-0,6	3,82	70	-0,1	20,25	85	-0,6
2	9,73	98	0,9	4,73	96	0,5	8,20	108	0,7	4,97	103	1,3	27,62	102	0,8
3	6,53	90	-0,9	3,78	95	-0,5	6,12	90	-0,6	3,42	95	-0,5	20,24	90	-0,6
4	Sonuç Bildirmedi			Sonuç Bildirmedi			Sonuç Bildirmedi			Sonuç Bildirmedi			Sonuç Bildirmedi		
5	7,76	79,83	-0,2	3,56	100	-0,7	6,62	86,5	-0,3	2,49	60,48	-1,6	21,11	80,38	-0,5
6	8,17	69,54	0,0	Sonuç Bildirmedi			Sonuç Bildirmedi			Sonuç Bildirmedi			21,87	78,19	-0,3
7	7,63	101	-0,3	1,41	101	<b>-3,0</b>	2,75	98	<b>-2,8</b>	0,32	102	<b>-4,2</b>	12,11		<b>-2,2</b>
8	8,56	90	0,2	5,06	86	0,9	7,72	87	0,4	5,32	77	1,7	26,66	85	0,6
9	9,06	99,1	0,5	5,16	95,7	1,0	8,16	94,7	0,7	4,95	91	1,3	27,33		0,8
10	10,08	96,05	1,1	5,63	104,26	1,5	7,36	97,81	0,2	4,28	97,92	0,5	27,35		0,8
11	9,07	98,9	0,5	3,99	96,85	-0,3	8,41	97,77	0,9	3,48	98,15	-0,5	24,97	98,05	0,3
12	7,52	95	-0,4	4,80	93	0,6	7,14	91	0,0	3,79	60	-0,1	23,25		0,0
13	9,52	97,5	0,8	4,60	91,4	0,4	8,01	98,4	0,6	3,57	85,6	-0,4	25,70	93,2	0,4
14	9,54	92	0,8	5,16	90	1,0	7,42	93	0,2	4,02	92	0,2	26,14		0,5
15	6,83	102	-0,7	3,95	78	-0,3	6,60	91	-0,3	3,70	74	-0,2	21,08	97	-0,5
16	9,15	88,7	0,6	4,66	91,6	0,4	7,57	91,2	0,3	4,78	91,5	1,1	26,16		0,5
17	7,04	88	-0,6	4,03	90	-0,2	7,16	88	0,1	4,60	90	0,9	22,76	89	-0,1
18	8,11	94	0,0	4,40	97	0,2	6,85	94	-0,1	3,98	95	0,1	23,34		0,0
19	6,11	105	-1,1	3,10	101	-1,2	5,29	105	-1,1	2,56	103	-1,5	17,06		-1,2
20	9,64	91	0,8	3,80	87,3	-0,5	7,52	92,6	0,3	2,53	73	-1,6	23,49		0,0
21	9,15	88,86	0,6	4,42	88,54	0,2	8,48	77,81	0,9	3,11	73,75	-0,9	25,72	81,4	0,4
22	8,70	71,28	0,3	4,33	75,39	0,1	7,15	76,72	0,1	4,01	75,24	0,2	24,11	74,66	0,1

F. Kodu: YET.F-018

F. Baskı No-Tarihi: 1- 23/05/2017

F. Gün. No-Tarihi: 00- 00/00/0000

**Tablo 7.** Katılımcı Sonuçlarının Özeti ve z-skorları (  $|z| > 2$  aralığında Yer Alan z-skorları Kırmızı ile İşaretlenmiş Şekilde Gösterilmektedir)

Lab. Kodu	AFL B1			AFL B2			AFL G1			AFL G2			Toplam AFL		
	Atanmış Değer	8,16 µg/kg		Atanmış Değer	4,24 µg/kg		Atanmış Değer	7,06 µg/kg		Atanmış Değer	3,87 µg/kg		Atanmış Değer	23,45 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
23	4,08	92	-2,3	2,85	88	-1,5	4,27	89	-1,8	1,86	86	-2,4	13,06		-2,0
24	8,23	83	0,0	4,89	84	0,7	6,30	95	-0,5	3,27	86	-0,7	22,69		-0,1
25	9,06	91,14	0,5	4,50	83,57	0,3	7,58	93,73	0,3	4,63	72,06	0,9	25,77		0,4
26	6,74	105,5	-0,8	3,65	77,4	-0,6	5,50	78,7	-1,0	3,47	70,6	-0,5	19,37		-0,8
27	7,48	89	-0,4	4,14	88	-0,1	6,73	88	-0,2	3,61	71	-0,3	21,96		-0,3
28	7,94	91	-0,1	4,35	86	0,1	7,65	85	0,4	6,12	80	2,6	26,06		0,5
29	8,98	95	0,5	3,86	93	-0,4	8,89	72	1,2	4,73	70	1,0	26,46		0,6
30	8,23	82	0,0	4,19	84	-0,1	6,94	83	-0,1	3,07	80	-0,9	22,43		-0,2
31	6,27	96	-1,1	3,22	100	-1,1	5,65	96	-0,9	3,71	94	-0,2	18,41	96	-1,0
32	7,68	98	-0,3	3,68	96	-0,6	6,94	92	-0,1	5,18	75	1,5	23,48		0,0
33	7,48	99,16	-0,4	4,00	99,9	-0,3	7,19	99,46	0,1	4,13	99,3	0,3	22,80		-0,1
34	9,39	96	0,7	4,37	96	0,1	7,13	95	0,0	4,79	90	1,1	25,68		0,4
35	8,64	86	0,3	4,07	90	-0,2	6,35	79	-0,5	3,93	90	0,1	22,99		-0,1
36	8,35	93,59	0,1	4,76	82,63	0,6	6,75	92,72	-0,2	4,31	82,06	0,5	24,17	92,93	0,1
37	10,48	85,56	1,3	5,40	85,45	1,2	8,41	85,34	0,9	3,96	83,78	0,1	28,31	85,03	0,9
38	9,25	87	0,6	4,55	101	0,3	8,21	83	0,7	4,86	85	1,2	26,87		0,7
39	7,08	86	-0,6	3,44	84	-0,9	6,71	83	-0,2	2,92	76	-1,1	20,15		-0,6
40	9,98	83,37	1,0	6,68	77,94	2,6	5,51	93,09	-1,0	3,85	83,79	0,0	26,03		0,5
41	10,95	97,25	1,6	5,53	96,54	1,4	8,66	87,28	1,0	6,12	79,6	2,6	31,25	90,19	1,5
42	7,23	93	-0,5	4,34	87	0,1	10,91	93	2,5	3,53	80	-0,4	26,01		0,5
43	7,36	93,79	-0,4	4,18	96,42	-0,1	7,67	89,09	0,4	4,02	89,94	0,2	23,25	91,97	0,0
44	7,60	90	-0,3	4,20	93	0,0	7,32	95	0,2	3,98	97	0,1	21,56		-0,4

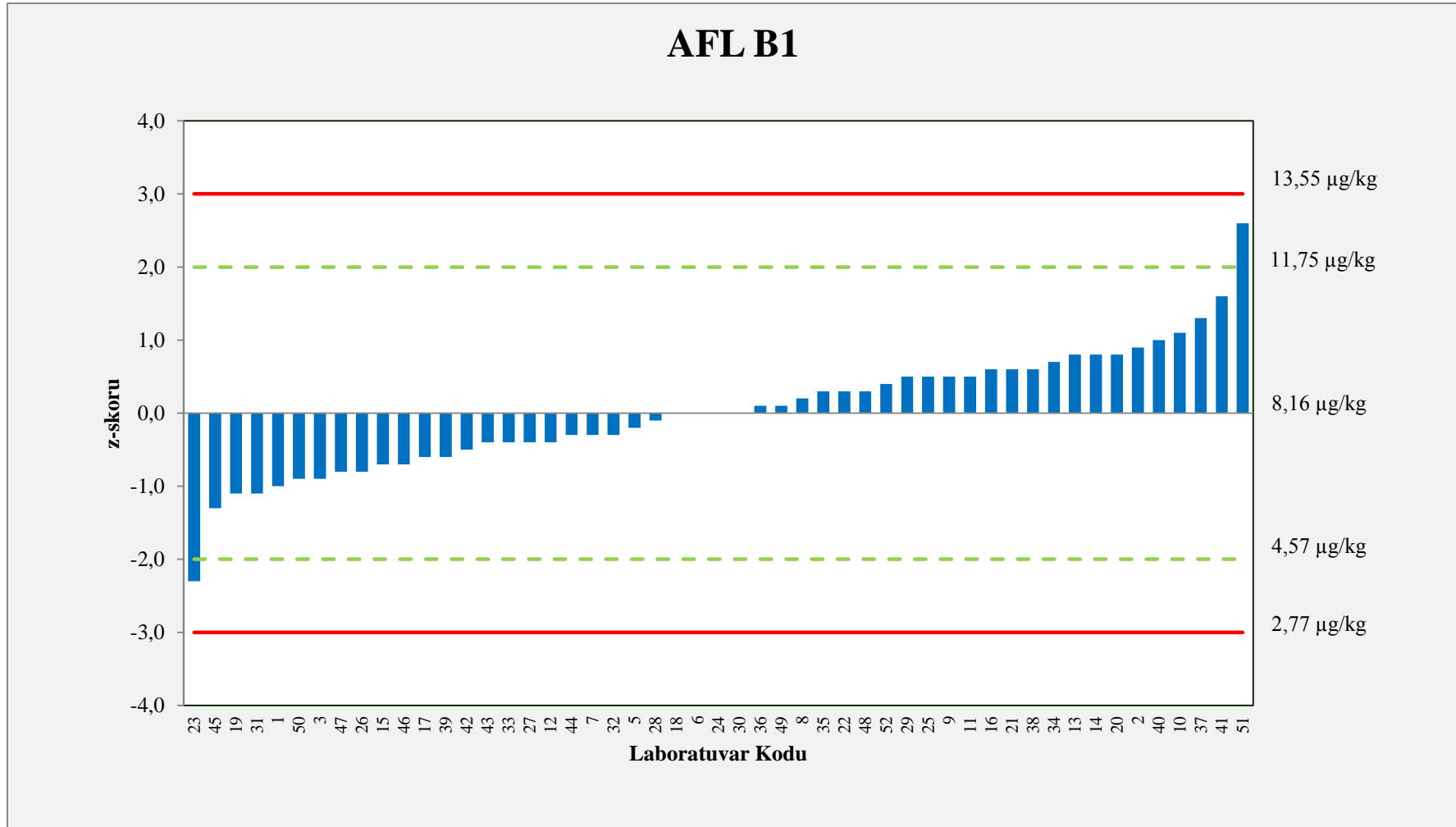
F. Kodu: YET.F-018

F. Baskı No-Tarihi: 1- 23/05/2017

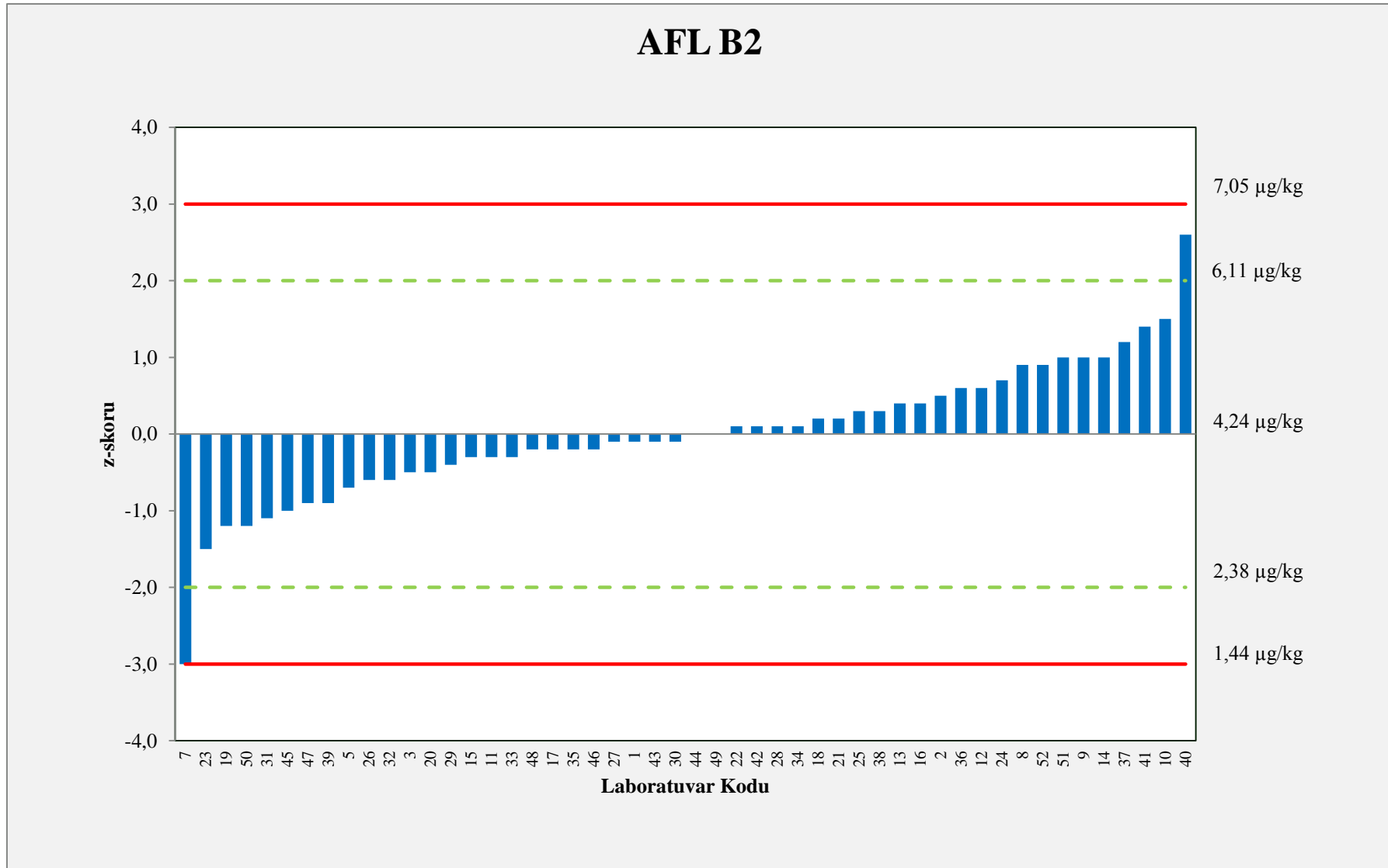
F. Gün. No-Tarihi: 00- 00/00/0000

**Tablo 7.** Katılımcı Sonuçlarının Özeti ve z-skorları (  $|z| > 2$  aralığında Yer Alan z-skorları Kırmızı ile İşaretlenmiş Şekilde Gösterilmektedir)

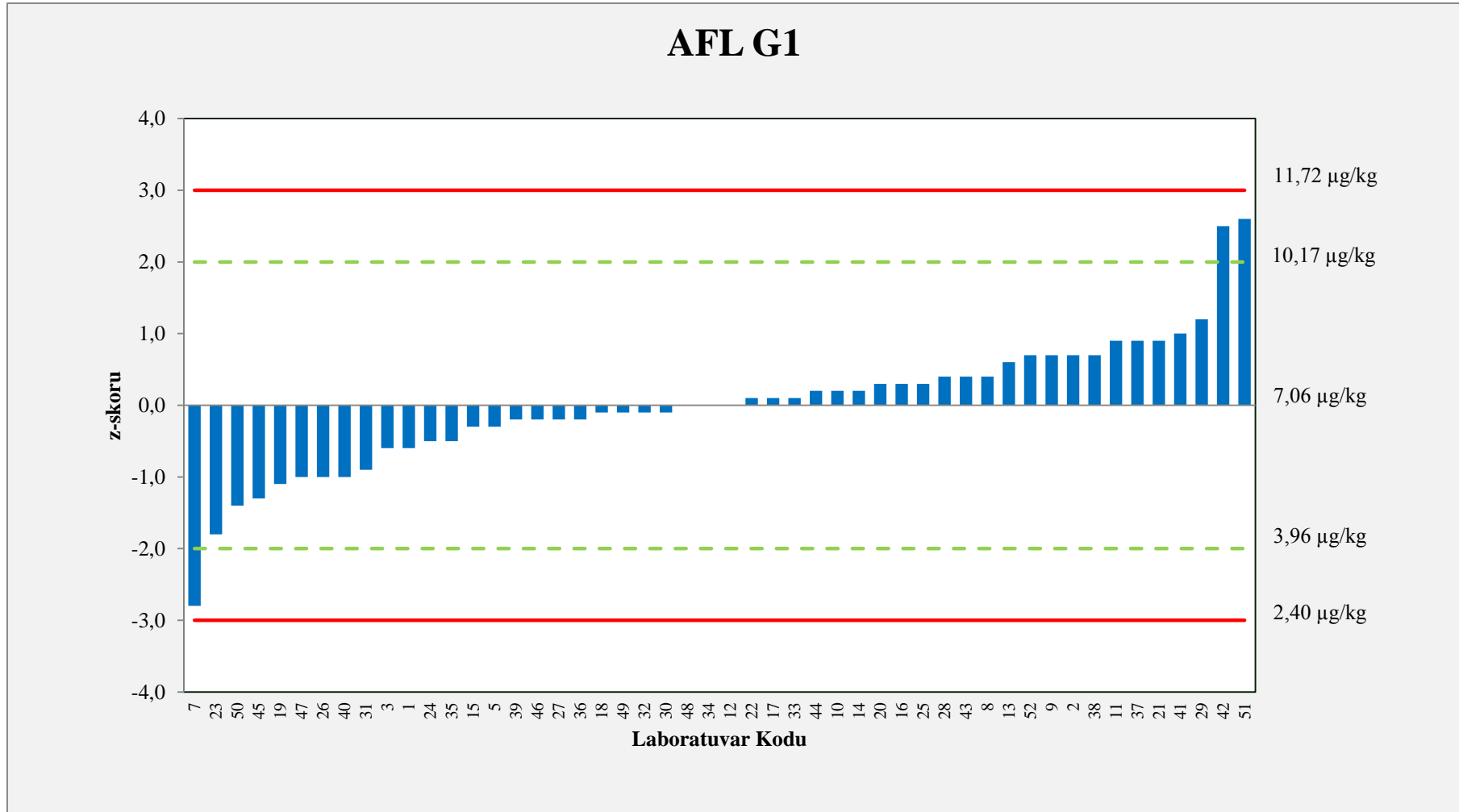
Lab. Kodu	AFL B1			AFL B2			AFL G1			AFL G2			Toplam AFL		
	Atanmış Değer	8,16 µg/kg		Atanmış Değer	4,24 µg/kg		Atanmış Değer	7,06 µg/kg		Atanmış Değer	3,87 µg/kg		Atanmış Değer	23,45 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
45	5,88	100	-1,3	3,29	100	-1,0	5,05	100	-1,3	3,56	100	-0,4	17,77	100	-1,1
46	6,89	86,52	-0,7	4,10	84,4	-0,2	6,71	79,27	-0,2	3,17	72,89	-0,8	20,88		-0,5
47	6,65	97	-0,8	3,37	95	-0,9	5,49	85	-1,0	2,03	76	-2,2	17,54		-1,1
48	8,75	75	0,3	4,02	74	-0,2	7,03	76	0,0	3,69	70	-0,2	23,49		0,0
49	8,43	97	0,1	4,26	100	0,0	6,94	93	-0,1	5,30	53	1,7	24,93		0,3
50	6,47	91,78	-0,9	3,15	93,83	-1,2	4,87	91,19	-1,4	0,88	88,31	-3,5	15,37		-1,6
51	12,85	99	2,6	5,16	96,8	1,0	11,04	90,6	2,6	3,37	104,8	-0,6	32,42	96,08	1,7
52	8,84	96	0,4	5,09	79	0,9	8,14	92	0,7	4,98	85	1,3	27,05		0,7



Şekil 1. Aflatoksin B1 z-skorları Histogramı

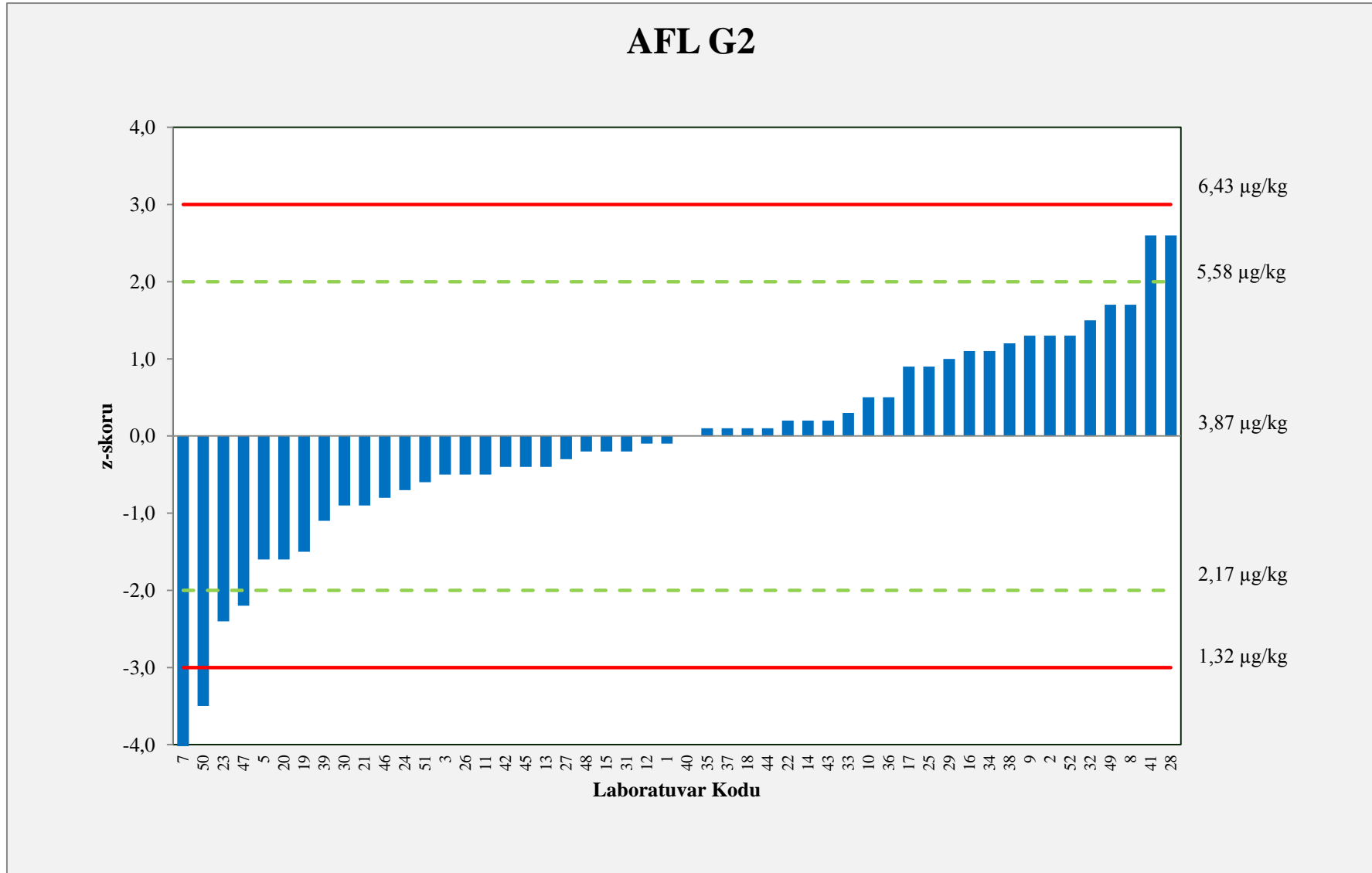


Şekil 2. Aflatoksin B2 z-skorları Histogramı

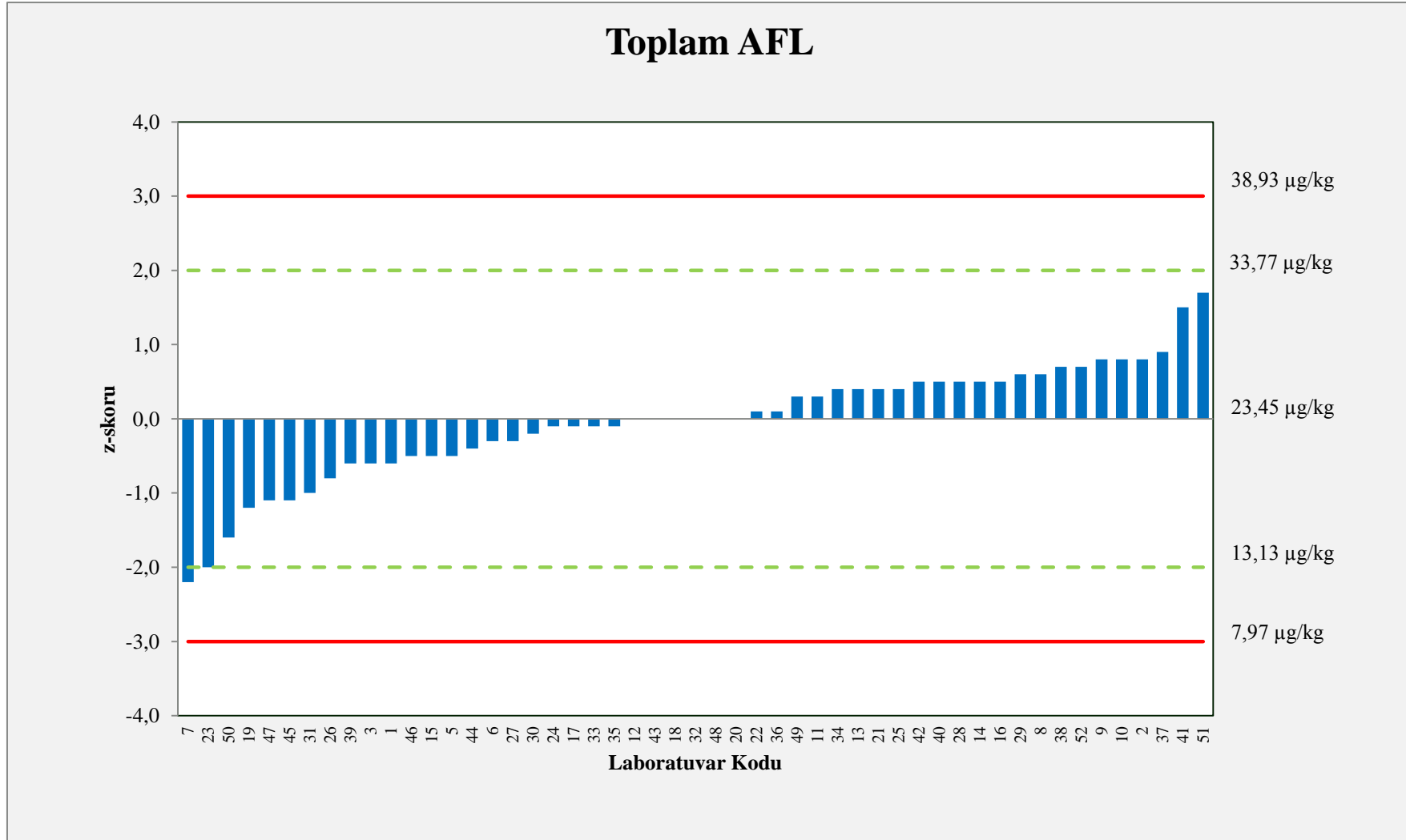


Şekil 3. Aflatoksin G1 z-skorları Histogramı





Şekil 4. Aflatoksin G2 z-skorları Histogramı



Şekil 5. Toplam Aflatoxin z-skorları Histogramı

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİKOTOKSİN’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 8’de sunulmaktadır.

**Tablo 8.** Katılımcı Analiz Bilgileri

Akredite Metot																																													
Evet	1	3	5	6	7	8	10	11	12	13	14	16	17	19	20	21	22	23	24	25	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52
Hayır	2	9	15	18	37																																								
Kullanılan Metodun Kaynağı																																													
İşletme-içi metot	7	9	27	33	44	51																																							
Talimat / Teknik Not / Uygulama Notu	8	15	26	50																																									
Uluslar arası standart	1	2	3	5	6	10	11	12	13	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	28	29	30	31	32	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	45	46	47	48	49	52					
Uluslar arası dergide yayınlanmış makale	14																																												
Tartılan Numune Ağırlığı (g)																																													
< 5	14																																												
≥ 5 - < 10	33	38	40	44																																									
≥ 10 - < 25	26	32	41	51																																									
≥ 25 - < 50	2	10	11	15	16	19	21	25	29	34	35	37	52																																
≥ 50	1	3	5	6	7	8	9	12	13	17	18	20	22	23	24	27	28	30	31	36	39	42	43	45	46	47	48	49	50																
Ekstraksiyon Solventleri																																													
Metanol / Su / Hekzan	49	47																																											
Metanol / Su / fosfat tampon	32																																												
Metanol / Su	2	3	5	6	7	8	9	10	12	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	27	28	29	30	31	34	35	36	37	38	39	41	42	43	46	48	50	51	52						
Metanol	1	45																																											
Asetonitril/Su	13																																												
Asetonitril/Su/formik asit	44																																												
Asetonitril/Su/fosforik asit	14																																												
Metanol	1	45																																											
Metanol/Asetonitril	11	26																																											
Metanol/Asetonitril/Su	40																																												
Kit	33																																												
Saflaştırma Yöntemleri																																													
IAK	1	2	3	6	7	8	10	11	12	13	15	16	18	19	20	21	22	25	26	27	28	29	32	34	35	36	37	38	39	40	41	43	45	46	47	48	49	50	52						

Kit	33
SPE	5 9 23 24 30 31 51
<b>HPLC Enjeksiyon Hacmi (µl)</b>	
<5	33
≥ 5 - < 10	45
≥ 10 - < 25	8 14 27 44 47 49
≥ 25 - < 50	31
≥ 50 - < 100	2 19 25 35
≥ 100 - < 150	1 3 5 6 7 9 10 11 12 13 15 16 17 18 20 21 22 23 24 26 28 29 30 32 34 36 37 39 40 41 42 43 46 48 50 51 52
≥ 150	38
<b>HPLC Kolon Sıcaklığı (°C)</b>	
ortam sıcaklığı	3 17 28 39 43 45 46 50 51 52
> ortam sıcaklığı - < 30	5 6 12 15 18 20 23 24 25 42 44 49
≥ 30 - < 40	1 11 14 19 22 33 35 47
≥ 40 - < 50	2 7 8 9 10 13 16 21 27 29 30 31 32 34 36 37 38 40 41 48
<b>Mobil Faz Bileşenleri</b>	
Kit	33
Metanol / Su	19 52
Metanol / Asetonitril / HNO3 ve KBr	45
Su / Metanol / Asetonitril	6 30 35 41
Su / Metanol / Asetonitril / Asetik Asit	46
Su / Metanol / Asetonitril / NaHCO3 / HNO3	42
Su / Metanol / HNO3 ve KBr	8 9 10 13 21 25 27 37 47 48 51
Su / Metanol / Asetonitril / HNO3 ve KBr	1 2 3 5 7 11 12 15 16 17 18 20 22 23 24 26 28 29 31 32 34 36 38 39 40 43 49 50
Su / Metanol / Amonyum format / Formik Asit	14 44
<b>Mikotoksin Belirleme Yöntemi</b>	
HPLC	1 2 3 5 6 7 8 9 10 11 12 13 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 45 46 47 48 49 50 51 52
LC-MS-MS	14 33 44
<b>Akış Hızı (ml/dk)</b>	
≥ 0,25 - < 0,75	14 33 44
≥ 0,75 - < 1,25	1 2 3 5 6 7 8 9 10 11 12 13 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 45 46 47 48 49 50 51 52
<b>Türevlendirme</b>	
Yok	33
Pre-kolon	35
Kobracell	1 2 3 5 6 7 8 9 10 11 12 13 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32

34 36 37 38 39 40 41 42 43 45 46 47 48 49 50  
51 52

	Detektör tipi																
Floresans det.	1	2	3	5	6	7	8	9	10	11	12	13	15	16	17	18	19
	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	34	35	36	
	37	38	39	40	41	42	43	45	46	47	48	49	50	51	52		
MS-MS	33	44															

## 7. GÖZLEMLER

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü'nün yetkilendirdiği 52 kamu ve özel laboratuvarın başvurusuyla gerçekleşen TOK006 kırmızıbiberde aflatoksin saptanması yeterlilik test çevrimi sonucunda katılımcıların büyük çoğunluğunun başarılı olduğu gözlemlenmiştir. Başarılı sonuç yüzdesinin AFL B1 %96, AFL B2 %96, AFL G1 %94, AFL G2 %88 ve Toplam AFL %98 olduğu görülmektedir.

## 8. REFERANSLAR

- (1) Thompson, M., Ellison, S.L.R., Wood, R., The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. Pure Appl. Chem., 2006. 78(1): 145–196.
- (2) ISO/IEC 17043:2010 “Conformity assessment - General requirements for proficiency testing”
- (3) ISO 13528:2015 “Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons”
- (4) Thompson, M., Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, Analyst, 2000, 125, 385-386.
- (5) Analytical Methods Committee, Robust statistics: a method of coping with outliers, Technical brief No 6, Apr 2001.
- (6) Lamberty, A., Schimmel, H., Pauwels, J. The study of the stability of reference materials by isochronous measurements. Fresenius J. Anal. Chem., 1998, 360, 359-361.
- (7) Analytical Methods Committee, Robust Statistics – How Not To Reject Outliers, Part 1. Basic Concepts. Analyst, 1989, Vol.114, 1693 – 1697.