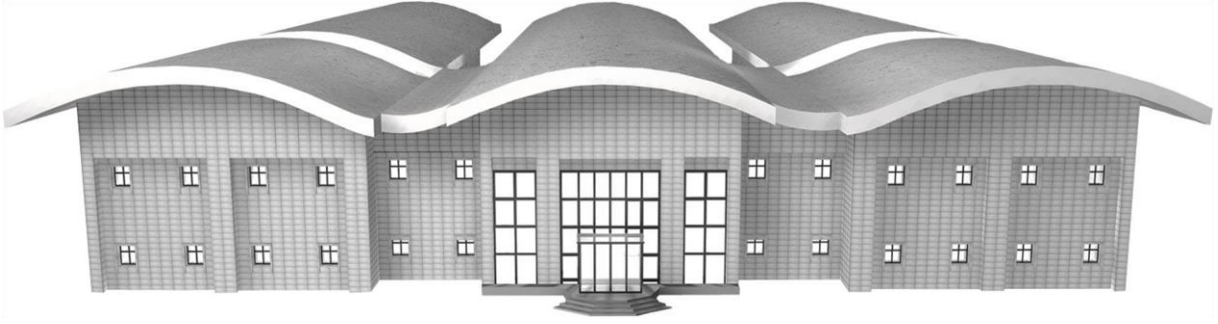




**T.C.**  
**TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI**  
**Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü**



AB-0015-YT
UGRL YT Raporu-TOK008
14.12.2018



# **YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**

**Antepfistiğinde Aflatoksin Saptanması**  
**UGRL YT Raporu-TOK008**  
**Kasım-Aralık 2018**

**GENEL BİLGİLER**

**YT Çevrimi Adı:** Antepfıstığında Aflatoksin Saptanması

**YT Çevrimi Kodu:** TOK008

**Test Materyali Gönderme Tarihi:** 30/10/2018

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 16/11/2018

**Rapor Yayın Tarihi:** 14/12/2018

**Raporu Hazırlayan(lar):**

  
Dr. Gülin ÇETİNKAYA  
Mikotoksin Birimi

**Çevrim Koordinatörü:**

  
Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Mikotoksin Birim Sorumlusu

**YT Koordinatörü:**

  
Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

**Tel.:** 0312 327 41 81 / 1149(dahili)

**e-posta:** alp.cetinkaya@tarimorman.gov.tr

**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@tarimorman.gov.tr

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

**İÇİNDEKİLER**

ÖZET.....	4
1. GİRİŞ.....	5
2. GİZLİLİK .....	5
3. TEST MATERYALİ .....	6
3.1. HAZIRLAMA.....	6
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....	6
3.3. DAĞITIM.....	7
4. SONUÇLAR.....	7
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	7
5.1. ATANMIŞ DEĞER .....	8
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI .....	8
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....	8
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.....	6
Tablo 3. Kararlılık değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu .....	7
Tablo 4. Her Bir Analit İçin Özet İstatistik Değerlendirmesi.....	9
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 Sonuçları ve z-skorları .....	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 “Antepfıstığında Aflatoksin Saptanması” yeterlilik test çevrimi (8)’i kamu ve (45)’i özel laboratuvar olmak üzere toplam (53) laboratuvarın başvurusu ile düzenlenmiştir.

Aflatoksin (AFL) içeriklerinin analiz edilmesi amacıyla TOK008 kodlu Antepfıstığında Aflatoksin Saptanması yeterlilik testi materyali başvuruda bulunan katılımcılara 30.10.2018 tarihinde gönderilmiştir.

Bir (1) katılımcının sonuç bildirmemesi üzerine (52) katılımcının sonuçları uygun istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiş ve atanmış değer hesaplanarak katılımcıların performansı ortaya konmuştur.

**Tablo 1.** Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış değer ( $X_{pt}$ ) (birim)	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z  \leq 2$
<b>AFL B1</b>	8,63	51	52	98
<b>AFL B2</b>	3,37	51	52	98
<b>AFL G1</b>	8,45	51	52	98
<b>AFL G2</b>	3,39	52	52	100
<b>Toplam AFL</b>	23,77	52	52	100

TOK008 kodlu Antepfıstığında Aflatoksin Saptanması yeterlilik testi çevrimindeki analitlerin tamamı TS EN ISO/IEC 17043 standardı akreditasyonu kapsamındadır.

## 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 fıkrada 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.

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin hiçbir aşamasında taşeron kullanılmamaktadır.

## 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 öğütülmüş iç antep fıstığı yığın materyaline AFL B1, B2, G1 ve G2 standartları ilave edildi ve su ile 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 derin dondurucuda ( $\sim -20^{\circ}\text{C}$ 'de) saklandı.

#### 3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Homojenliğin doğrulanması için, bilgisayar ortamında oluşturulan rastgele sayılara göre numaralandırılmış kaplardan 10 adet seçilerek tekrarlanabilirlik koşulları altında bağımsız şekilde çift tekrarlı analiz yapıldı. Homojenlik, ISO 13528'e göre değerlendirildi [2]. Test materyalinin yeterli homojenliğe sahip olduğu gösterildi. Homojenliğe ait özet bilgi Tablo 2' de verilmektedir

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

ISO 13528'e göre	AFL B1 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	AFL B2 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	AFL G1 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	AFL G2 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
Ortalama	9,31	3,32	7,34	3,03
$\sigma_{pt}$	2,05	0,73	1,62	0,67
0,3 $\sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,61	0,22	0,48	0,20
$s_x$ (örnek ort. std.sapma)	0,21	0,09	0,10	0,13
$s_w$ (örnekler-içi std.sapma)	0,17	0,10	0,12	0,18
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	0,17	0,06	0,05	0,02
$s_s < 0,3\sigma_{pt}$	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>

Kararlılık çalışması eşzamanlı deneysel tasarım kullanılarak planlandı [3]. YTM, test materyali gönderimi ve katılımcı analiz sonucu son bildirim zaman aralığını içerecek şekilde buzdolabı sıcaklığında ( $\sim +4^{\circ}\text{C}$ 'de) 20 gün tutuldu. YTM ulaşım koşulları için azami sıcaklık  $35^{\circ}\text{C}$  ve ulaşım süresi 96 saat olarak kararlılık çalışması planlandı. Kontrol amacıyla derin dondurucuda ( $-20^{\circ}\text{C}$ '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.

**Tablo 3.** Kararlılık değerlendirmesine 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)	-20 °C	+4 °C	+35 °C	-20 °C	+4 °C	+35 °C	-20 °C	+4 °C	+35 °C	-20 °C	+4 °C	+35 °C
Süre (gün)	kontrol	20	4	kontrol	20	4	kontrol	20	4	kontrol	20	4
Ortalama	9,57	9,58	10,11	3,25	3,26	3,40	7,24	7,28	7,48	2,78	2,79	2,93
y1 - y2	-	0,004	0,534	-	0,011	0,148	-	0,033	0,232	-	0,007	0,149
u (sıcak.ort.)	-	0,339	0,422	-	0,103	0,101	-	0,215	0,183	-	0,115	0,062
0,3σ <sub>pt</sub> + u	-	0,982	1,065	-	0,322	0,319	-	0,699	0,668	-	0,302	0,249
y1 - y2  ≤ 0,3σ <sub>pt</sub> +u		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER

### 3.3. DAĞITIM

Derin dondurucuda (-20°C’de) bulunan antep fıstığı YT materyalleri 30/10/2018 tarihinde buz akülü straforlu kutulara konularak 53 katılımcıya aynı anda gönderildi Test materyali ile birlikte üst yazı ve katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ katılımcılara iletildi.

## 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan antep fıstığı YT materyalinde bulunan AFL B1, B2, G1, G2 ve toplam AFL düzeyini tespit etmeleri, geri kazanıma göre düzeltilmiş sonuçları µg/kg olarak ve geri kazanım değerlerini yüzde (%) olarak ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİKOTOKSİN**’ ‘e kaydetmeleri istendi. Başvuruda bulunan (53) katılımcının (52)’si tarafından sonuçlar tarafımıza iletildi. Bir (1) laboratuvar tarafından sonuç 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 aykırı değer oranının düşük olması sebebiyle Huber H15 (c: 1,5 ve yakınsama ölçütü: 1e-4) yöntemiyle belirlendi [4,5]. 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  
 $p$ : katılımcılardan gelen geçerli sonuç sayısı

### 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 [6].

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

$c$ : 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 z-skoru cinsinden ifade edilmektedir (2).

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

$x_i$ : 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

Tablo 4’ de her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi; Tablo 5’de atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları; Tablo 6’da  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi verilmektedir. Katılımcıların ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİKOTOKSİN**’ ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorumları 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	52	52	52	52	52
Sonuç aralığı (µg/kg)	5,97 - 12,68	2,32 - 4,94	4,96 - 13,73	2,04 - 4,68	17,78 - 33,95
Sonuçların ortancası (µg/kg)	8,54	3,32	8,44	3,39	23,53
Sonuçların ortalaması (µg/kg)	8,69	3,40	8,51	3,40	23,93
Atanmış değer (µg/kg)	8,63	3,37	8,45	3,39	23,77
Sağlam standart sapma	0,98	0,44	1,08	0,62	2,56
$ z  \leq 2$ sonuç sayısı	51	51	51	52	52
$2 <  z  \leq 3$ sonuç sayısı	1	1	1	0	0
$ z  > 3$ sonuç sayısı	0	0	0	0	0

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

Analit	Veri sayısı, $n$	Atanmış Değer, $(x_{pt})$ , µg/kg	Belirsizlik, $(u(X_{pt}))$	Yeterlilik standart sapması, $(\sigma_{pt})$ , µg/kg
AFL B1	52	8,63	0,1700	1,90
AFL B2	52	3,37	0,0763	0,74
AFL G1	52	8,45	0,1875	1,86
AFL G2	52	3,39	0,1075	0,75
Toplam AFL	52	23,77	0,4430	5,23

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

Analit/Organizma	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z  \leq 2$ yüzdesi (%)
AFL B1	51	52	98
AFL B2	51	52	98
AFL G1	51	52	98
AFL G2	52	52	100
Toplam AFL	52	52	100

**Tablo 7.** Katılımcı Sonuçları ve z-skorları (  $|z| > 2$  Aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

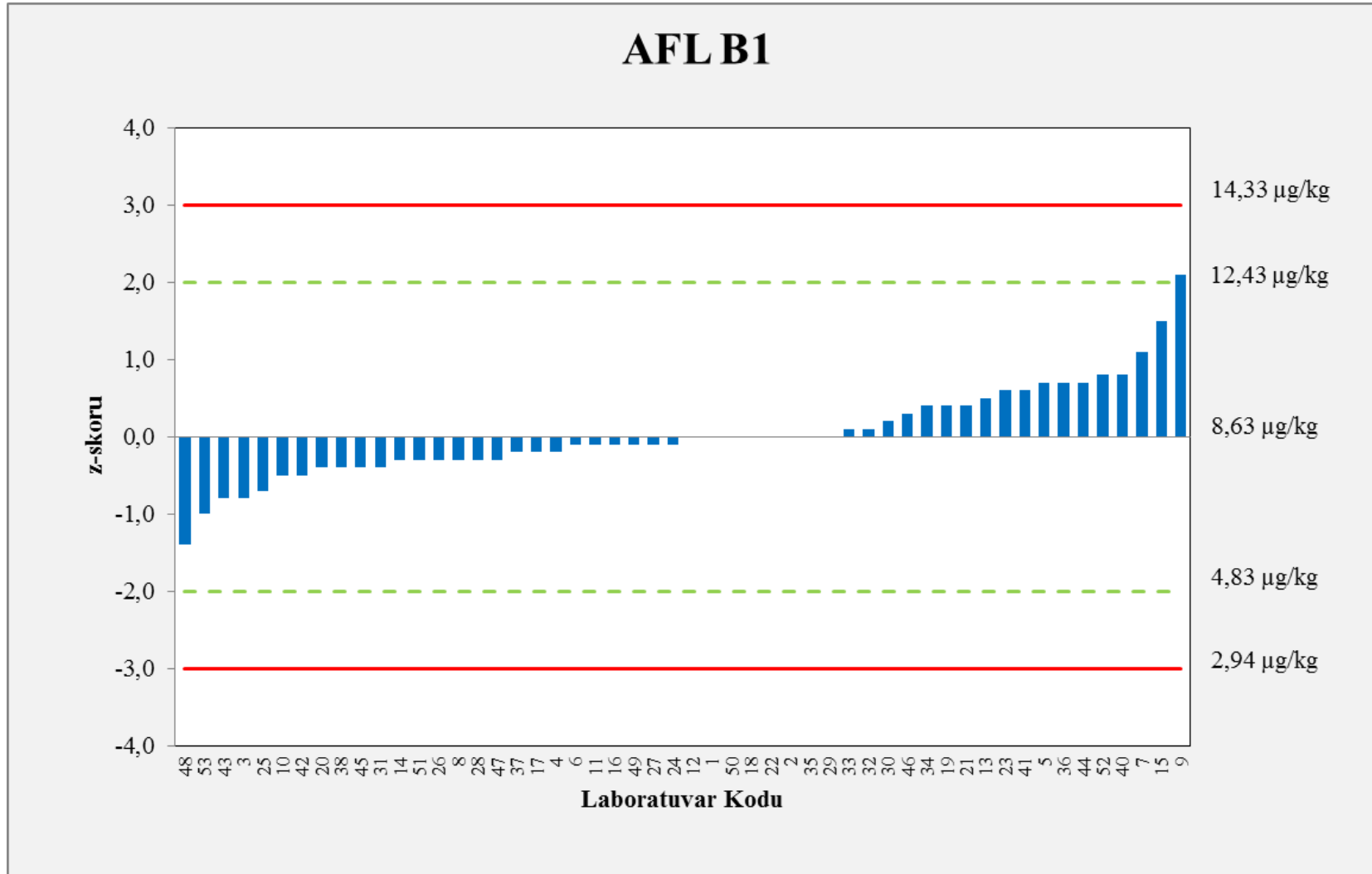
Lab. Kodu	AFL B1			AFL B2			AFL G1			AFL G2			Toplam AFL		
	Atanmış Değer		8,63 µg/kg	Atanmış Değer		3,37 µg/kg	Atanmış Değer		8,45 µg/kg	Atanmış Değer		3,39 µg/kg	Atanmış Değer		23,77 µg/kg
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
1	8,57	98	0,0	3,83	96	0,6	8,50	95	0,0	3,49	98	0,1	24,39		0,1
2	8,64	83,31	0,0	3,02	83,54	-0,5	7,63	85,44	-0,4	3,13	84,79	-0,4	22,42		-0,3
3	7,14	106,77	-0,8	3,16	100,41	-0,3	8,73	107,93	0,1	3,30	97,86	-0,1	22,33		-0,3
4	8,33	82	-0,2	3,38	80	0,0	8,35	79	-0,1	3,47	75	0,1	23,52		0,0
5	9,88	85,07	0,7	4,33	86,25	1,3	9,69	89,69	0,7	4,12	89,64	1,0	27,96	87,86	0,8
6	8,36	96	-0,1	3,26	98	-0,2	7,84	108	-0,3	3,48	103	0,1	22,95	102	-0,2
7	10,64	97,25	1,1	2,99	88,4	-0,5	5,76	88,23	-1,4	3,04	79,21	-0,5	22,43		-0,3
8	8,10	82	-0,3	4,26	64	1,2	9,61	66	0,6	3,53	74	0,2	25,50	82	0,3
9	12,68	94	<b>2,1</b>	4,94	85	<b>2,1</b>	12,22	89	2,0	4,12	77	1,0	33,95		1,9
10	7,65	84	-0,5	2,96	82	-0,6	7,54	98	-0,5	2,89	81	-0,7	21,04		-0,5
11	8,37	88	-0,1	3,11	98	-0,4	7,97	92	-0,3	3,09	84	-0,4	22,54		-0,2
12	8,57	91	0,0	3,35	84	0,0	8,13	85	-0,2	3,61	55	0,3	23,66		0,0
13	9,61	78,56	0,5	3,86	76,43	0,7	9,07	75,30	0,3	4,54	75,14	1,5	27,16	76,36	0,6
14	7,99	90,30	-0,3	3,40	96,86	0,0	7,67	92,42	-0,4	3,30	98,45	-0,1	22,36	95,62	-0,3
15	11,41	89	1,5	3,91	89	0,7	10,36	92	1,0	4,29	77	1,2	29,97		1,2
16	8,38	91	-0,1	3,23	83	-0,2	8,65	87	0,1	3,28	80	-0,2	23,54		0,0
17	8,28	95,5	-0,2	3,58	90	0,3	8,32	92,3	-0,1	4,03	53,2	0,9	24,06		0,1
18	8,59	99	0,0	3,03	100	-0,5	9,00	100	0,3	3,18	98	-0,3	23,80	99	0,0
19	9,39	82	0,4	3,47	76	0,1	9,19	82	0,4	3,62	56	0,3	25,67	79	0,4

**Tablo 7.** Katılımcı Sonuçları ve z-skorları ( | z | > 2 Aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

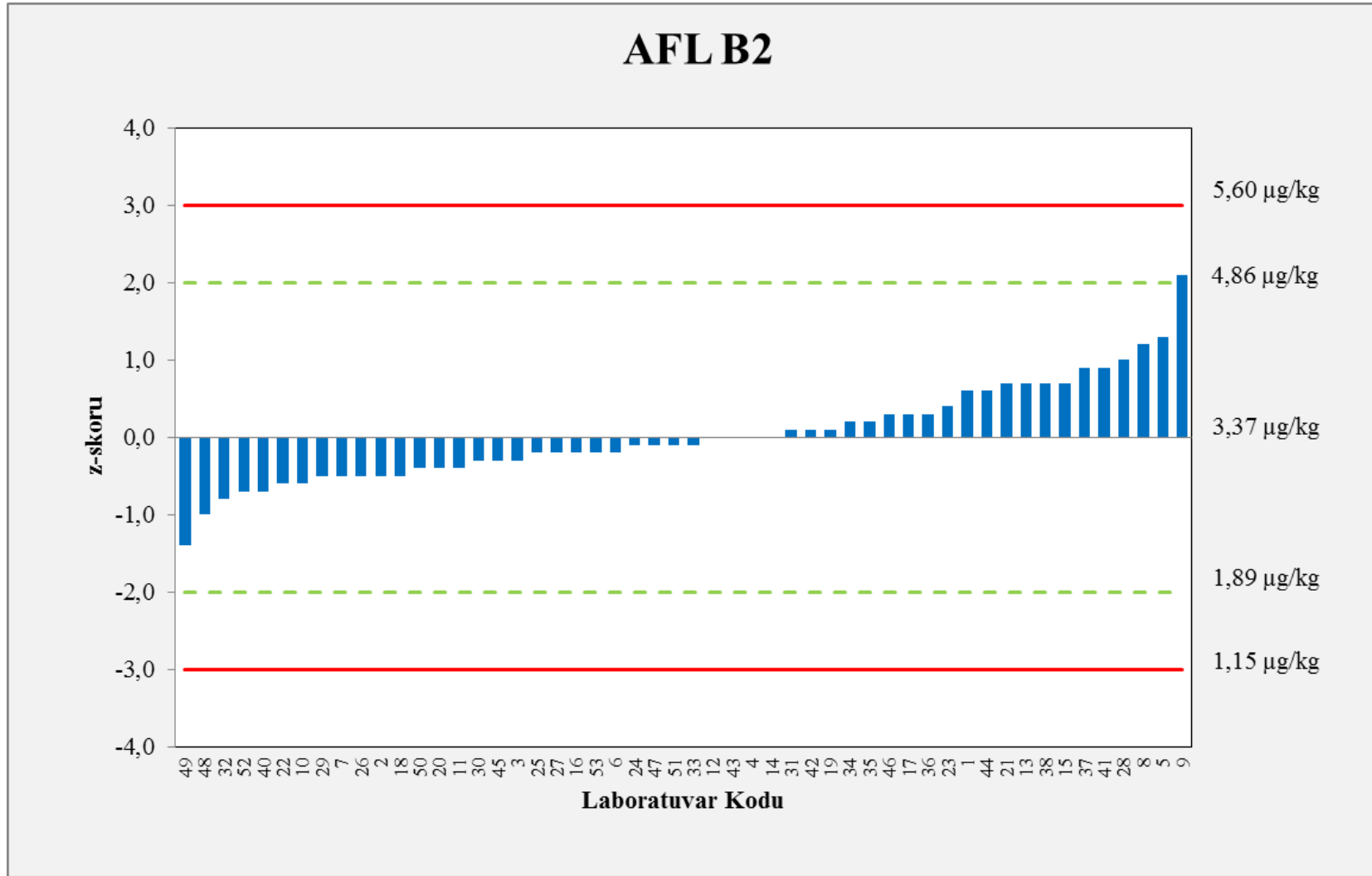
Lab. Kodu	AFL B1			AFL B2			AFL G1			AFL G2			Toplam AFL		
	Atanmış Değer		8,63 µg/kg	Atanmış Değer		3,37 µg/kg	Atanmış Değer		8,45 µg/kg	Atanmış Değer		3,39 µg/kg	Atanmış Değer		23,77 µg/kg
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
20	7,83	89,8	-0,4	3,04	91,3	-0,4	7,83	88,9	-0,3	3,10	89,7	-0,4	21,80		-0,4
21	9,44	87	0,4	3,86	97	0,7	9,21	88	0,4	4,10	92	0,9	25,62	93	0,4
22	8,59	93	0,0	2,90	92	-0,6	8,00	91	-0,2	2,59	88	-1,1	22,08		-0,3
23	9,73	85,62	0,6	3,65	88,74	0,4	9,06	86,09	0,3	2,71	89,52	-0,9	24,99	87,20	0,2
24	8,51	100	-0,1	3,27	98	-0,1	9,09	91	0,3	3,41	75	0,0	24,28		0,1
25	7,27	91	-0,7	3,19	96	-0,2	6,89	97	-0,8	2,51	82	-1,2	19,86		-0,7
26	8,08	90	-0,3	3,00	107	-0,5	7,92	89	-0,3	3,42	93	0,0	22,42		-0,3
27	8,50	105	-0,1	3,19	103	-0,2	9,47	98	0,5	3,51	99	0,2	24,68		0,2
28	8,13	95	-0,3	4,15	91	1,0	9,16	88	0,4	4,53	91	1,5	25,97		0,4
29	8,68	93,65	0,0	2,97	97,34	-0,5	6,32	97,40	-1,1	2,92	93,39	-0,6	20,89		-0,6
30	9,09	98,5	0,2	3,14	98,5	-0,3	8,03	98,7	-0,2	3,13	98,3	-0,4	23,40	98,5	-0,1
31	7,96	96	-0,4	3,44	92,97	0,1	7,40	81,38	-0,6	3,19	87,95	-0,3	21,99		-0,3
32	8,82	93	0,1	2,79	108	-0,8	8,93	94	0,3	3,43	94	0,1	23,97		0,0
33	8,81	93,60	0,1	3,32	95,20	-0,1	8,51	95,74	0,0	3,30	73,98	-0,1	23,94		0,0
34	9,36	92,02	0,4	3,49	90,67	0,2	9,37	89,03	0,5	4,68	60,49	1,7	26,06	88,07	0,4
35	8,66	91,16	0,0	3,55	95,09	0,2	8,38	90,09	0,0	3,42	94,17	0,0	22,86	96,43	-0,2
36	9,90	83	0,7	3,63	81	0,3	9,79	81	0,7	4,10	79	0,9	27,42		0,7
37	8,23	98,13	-0,2	4,06	97,62	0,9	10,86	99,9	1,3	4,22	96,97	1,1	27,37	100	0,7
38	7,834	95,11	-0,4	3,893	91,36	0,7	13,733	94,20	<b>2,8</b>	3,749	93,85	0,5	29,209	94,93	1,0
39	<b>SONUÇ BİLDİRMEDİ</b>			<b>SONUÇ BİLDİRMEDİ</b>			<b>SONUÇ BİLDİRMEDİ</b>			<b>SONUÇ BİLDİRMEDİ</b>			<b>SONUÇ BİLDİRMEDİ</b>		

**Tablo 7.** Katılımcı Sonuçları ve z-skorları ( | z | > 2 Aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

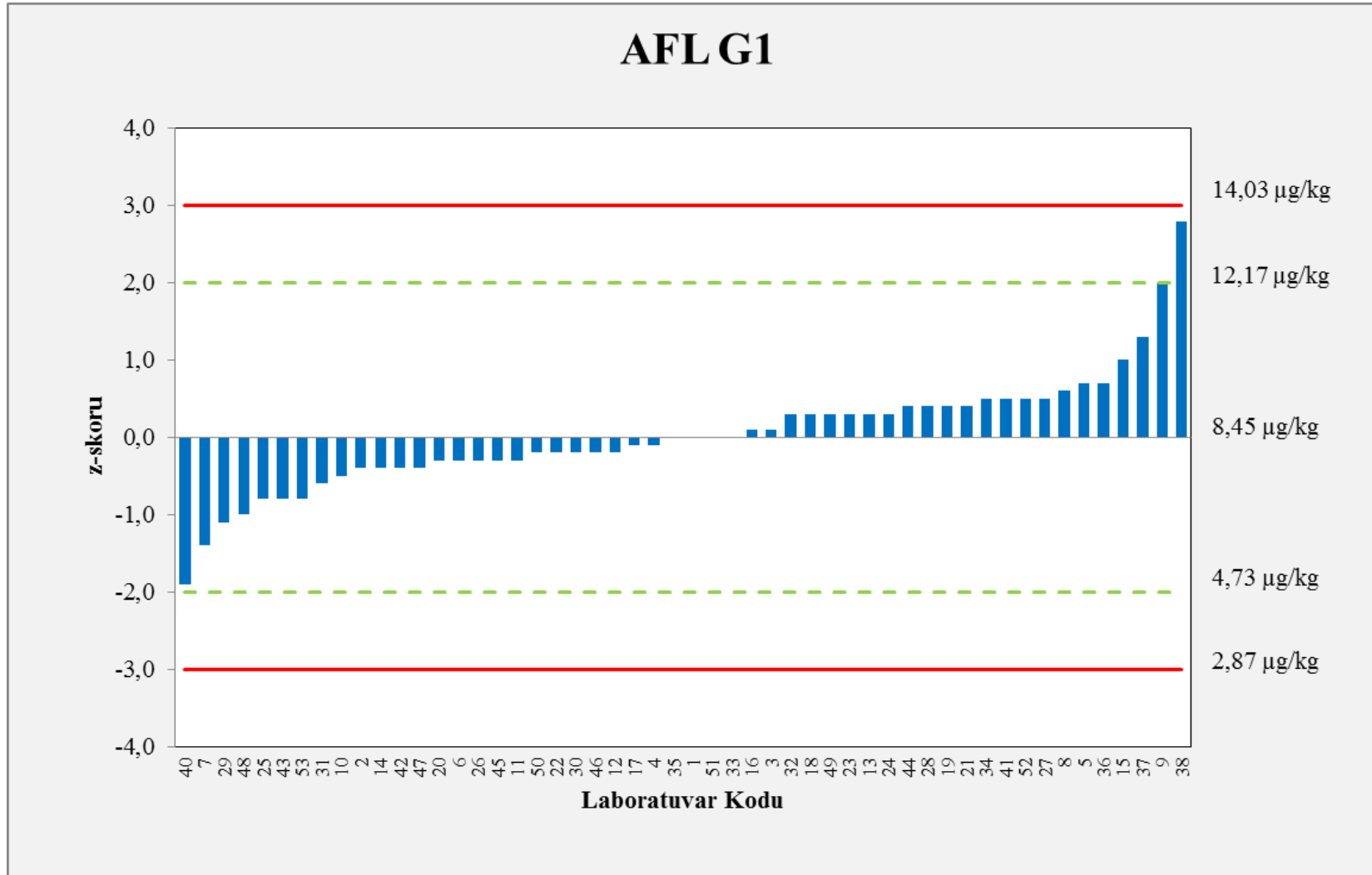
Lab. Kodu	AFL B1			AFL B2			AFL G1			AFL G2			Toplam AFL		
	Atanmış Değer		8,63 µg/kg	Atanmış Değer		3,37 µg/kg	Atanmış Değer		8,45 µg/kg	Atanmış Değer		3,39 µg/kg	Atanmış Değer		23,77 µg/kg
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
40	10,09	97,25	0,8	2,89	88,4	-0,7	4,96	88,23	-1,9	2,56	79,71	-1,1	20,49		-0,6
41	9,79	91,0	0,6	4,07	88,5	0,9	9,38	88,5	0,5	3,95	87,0	0,7	27,19	88,0	0,7
42	7,65	89	-0,5	3,45	85	0,1	7,70	88	-0,4	3,37	86	0,0	22,180		-0,3
43	7,09	75	-0,8	3,36	86	0,0	6,95	75	-0,8	2,69	80	-0,9	20,09		-0,7
44	9,93	84,76	0,7	3,84	86,68	0,6	9,15	85,09	0,4	3,74	87,07	0,5	26,54	85,91	0,5
45	7,95	91	-0,4	3,15	90	-0,3	7,95	86	-0,3	3,44	78	0,1	22,49		-0,2
46	9,17	94,11	0,3	3,57	91,77	0,3	8,09	100,34	-0,2	4,45	82,86	1,4	25,28		0,3
47	8,15	83	-0,3	3,28	88	-0,1	7,79	87	-0,4	3,30	90	-0,1	22,52		-0,2
48	5,97	86,92	-1,4	2,62	87,22	-1,0	6,54	87,48	-1,0	2,65	84,11	-1,0	17,78		-1,1
49	8,40	91,05	-0,1	2,32	97,01	-1,4	9,00	95,33	0,3	2,04	100,22	-1,8	21,76	93,78	-0,4
50	8,58	78	0,0	3,04	82	-0,4	7,99	79	-0,2	3,10	87	-0,4	22,71		-0,2
51	8,02	99,46	-0,3	3,31	99,18	-0,1	8,51	98,32	0,0	2,64	100,47	-1,0	22,48		-0,2
52	10,06	87	0,8	2,85	86	-0,7	9,41	84	0,5	2,30	82	-1,5	24,77	85	0,2
53	6,77	92	-1,0	3,23	95	-0,2	7,05	85	-0,8	2,98	87	-0,6	20,03		-0,7



Şekil 1. Aflatoksin B1 z-Skorları Histogramı

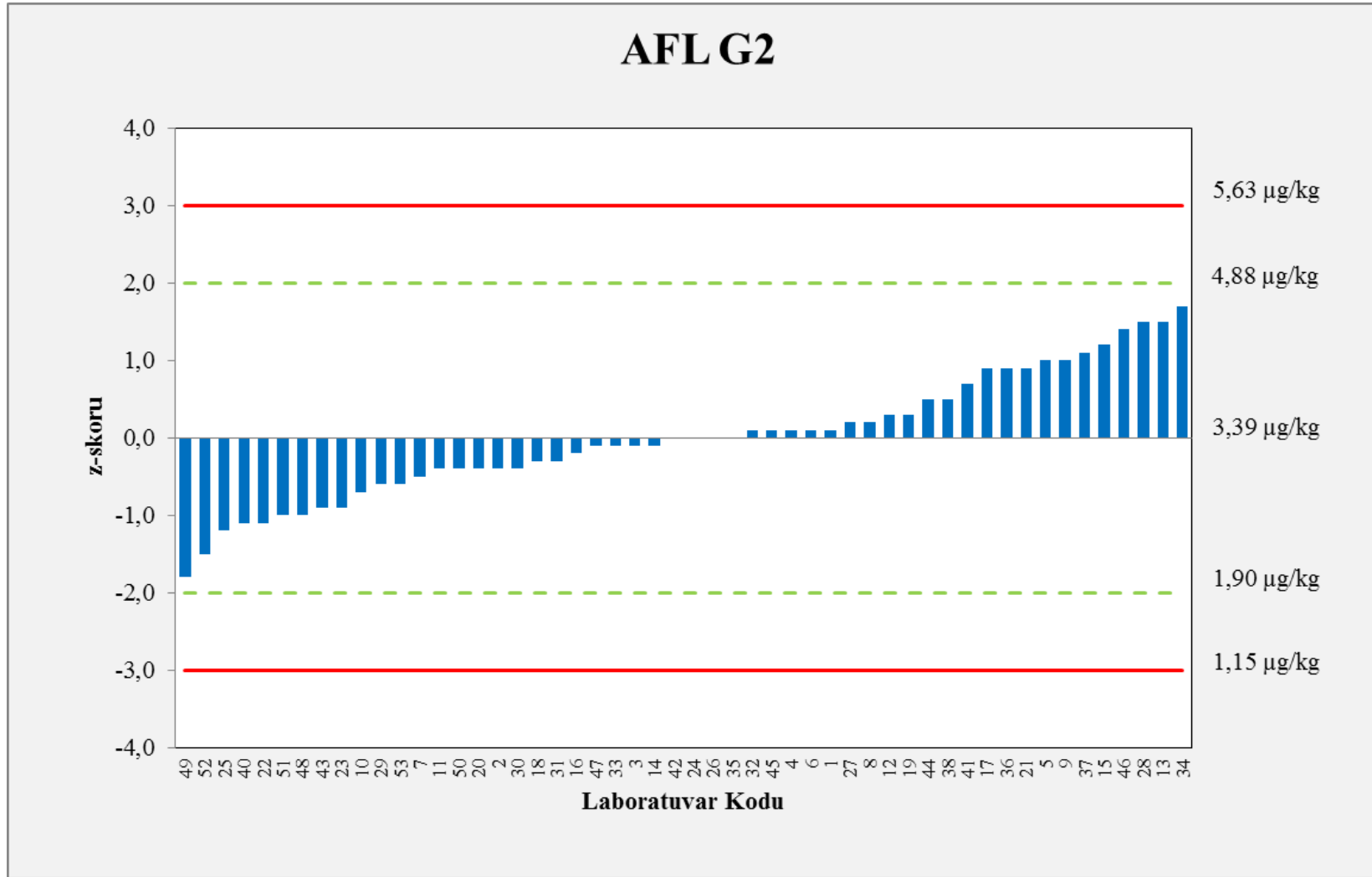


Şekil 2. Aflatoksin B2 z-Skorları Histogramı

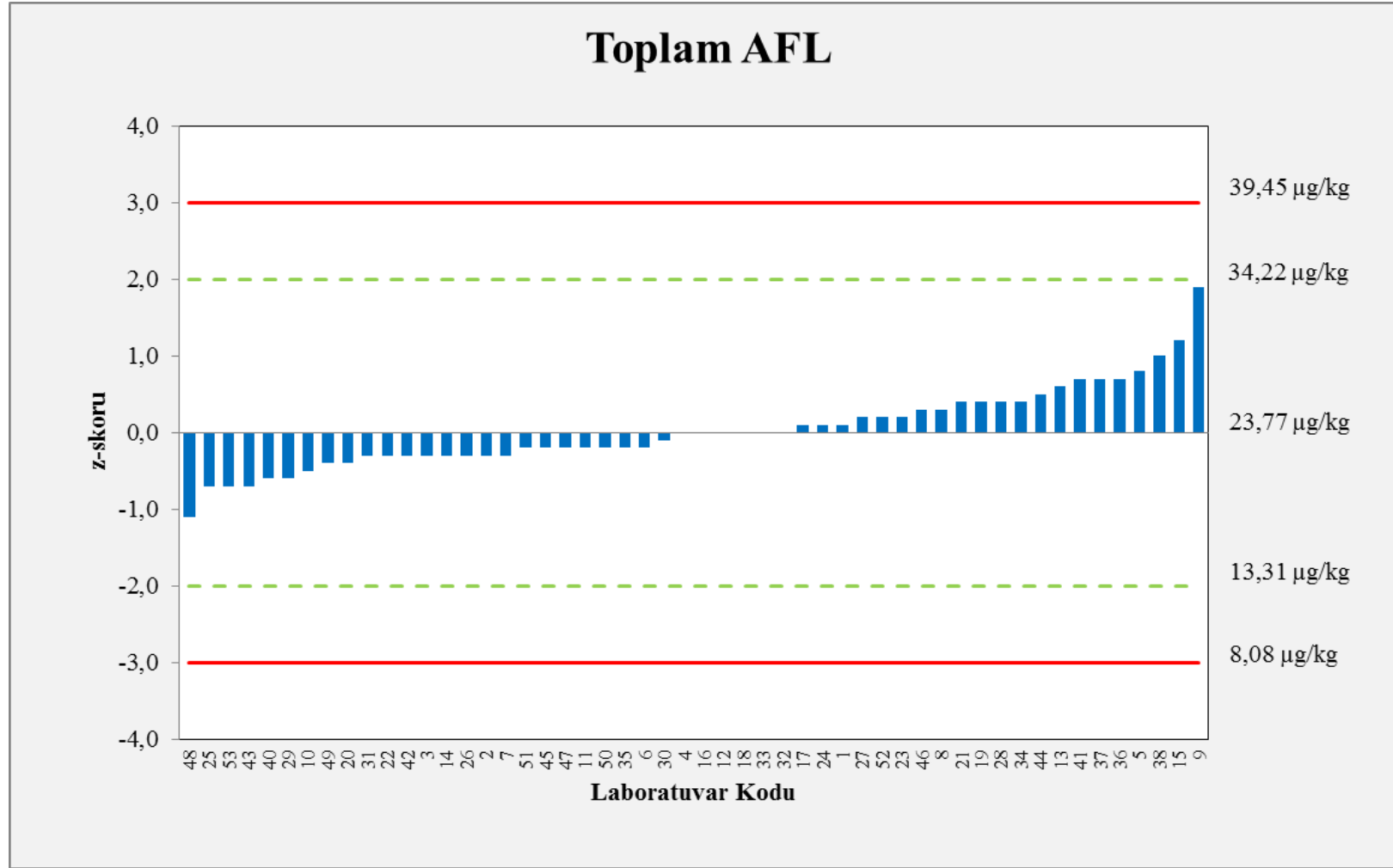


Şekil 3. Aflatoksin G1 z-Skorları Histogramı





Şekil 4. Aflatoksin G2 z-Skorları Histogramı



Şekil 5. Toplam Aflatoksin 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	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
	32	33	34	36	37	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49
	50	51	52	53											
Hayır	2	35	38												
Metot Kaynağı															
Uluslar arası Standart	1	3	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	17	18	19
	20	21	22	23	25	26	27	30	31	32	33	34	40	41	43
	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53					
Ulusal Standart	2														
Uluslar arası Dergide Yayınlanmış Makale	42														
Talimat / Teknik Not / Uygulama Notu	5	24	36												
İşletme-içi Metot	4	16	28	29	35	37									
Boş	38														
Tartılan numune miktarı (g)															
< 5	31														
≥ 5 - < 10	16	26	28	29											
≥ 10 - < 25	6	7	35	37	44	46	50	52							
≥ 25 - < 50	1	2	4	8	10	11	12	13	15	17	19	21	22	25	32
	33	34	41	43	47										
≥ 50	3	5	9	14	18	20	23	24	27	30	36	38	40	42	45
	48	49	51	53											
Ekstraksiyon Solventleri															
Aseton / Su	1														
Asetonitril / Asetik asit / Su	28														
Asetonitril / Su / Formik asit	16														
Jasem Kit	29	37													
Metanol	17														
Metanol / Su	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	18	19
	20	21	23	24	25	26	27	30	31	32	33	34	35	36	40
	41	42	43	44	45	46	47	49	50	51	53				
Su / Metanol / Asetonitril / Formik asit	38														
Su / Metanol / fosfat tampon	48	52													
Su / Metanol / Hekzan	22														
Saflaştırma Yöntemi															
IAK	1	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	17
	19	20	21	22	23	24	26	27	30	31	32	33	35	36	40
	44	45	46	47	48	50	51	52	53	41					

SPE	18 34 42 43 49
Boş	2 25 28 29 37
QUECHERS	38
Katı-Sıvı Ekstraksiyon	16
<b>Saflaştırma Kolon/Kartuş Markası</b>	
ACE 5 C18	40
Aflaprep	45 53
Aflatest Immunoaffinite Kolon	34
Aokin	1 8 13 32
R-Biopharm	5 6 7 9 10 11 12 14 15 18 19 20 21 22 23 26 30 31 33 35 36 41 44 46 47 49 52
Rhone	24
Romer	4 27 50
Vıcam	3 17 43 48 51
<b>Kalibrasyon Standart Markası</b>	
Biopure	6
Dr Ehrenstorfer	1
LGC	28
PA Grup	11 14 21 31 32
R-Biopharm	4 5 15 18 20 23 26 35 36 42 44 46 52
Rhone	24 45
Romer	13
ROMER-Biopure	19 50
Sigma Aldrich	3 8 30 51
Supelco	10 17 25 34 43 48 53
Toronto Research Chemicals	16 37 38
TraceCERT/Supelco	40
Trilogy	7 9 12 27 41 47 49
Boş	2 22 29 33
<b>Mikotoksin Belirleme Yöntemi</b>	
HPLC-FLD	1 2 3 4 5 6 7 9 10 11 12 13 14 15 17 18 19 20 21 22 23 24 25 27 30 31 32 33 34 35 36 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53
HPLC-UV	8 26
LC-MS/MS	16 28 29 37 38
<b>Enjeksiyon Hacmi (µL)</b>	
≥ 5 – < 10	16 37
≥ 10 – < 25	4 9 24 28 29 36 38
≥ 25 – < 50	18
≥ 50 – < 100	7 50 53
≥ 100 – < 150	1 3 5 6 8 10 11 12 13 14 15 17 19 20 21 22 23 25 27 30 31 32 33 34 35 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 51 52
≥ 150	26
<b>Kolon Sıcaklığı (°C)</b>	
ortam sıcaklığı	5 10 21 27 34 41 48
> ortam sıcaklığı – < 30	3 8 11 13 17 19 25 28 33 40 43 45 47
≥ 30 – < 40	7 15 16 29 35 37 46 49 50

≥ 40 – < 50	1	4	6	9	12	14	18	20	22	23	24	26	30	31	32
	36	38	42	44	51	52	53								
Boş	2														
<b>Mobil Faz</b>															
Amonyum format / Metanol / Su / Amonyum asetat-Formikasıit	38														
Amonyum format / Metanol / Su / Formik asit	16	28													
Asetonitril / Metanol / HNO <sub>3</sub> ve KBr	15														
Asetonitril / Metanol / Su	1	7	8	31	33	50	53								
Jasem Kit Mobil Faz	29	37													
Metanol / Su / Asetonitril / Sodyum bikarbonat / Nitrik asit	25														
Metanol / Su / HNO <sub>3</sub> ve KBr	4	5	9	14	23	24	30	35	36	43	44	46	47		
Su / Metanol / Asetonitril / HNO <sub>3</sub> ve KBr	3	6	10	11	12	13	17	18	19	20	21	22	26	27	32
	34	40	41	42	45	48	49	51	52						
Boş	2														
<b>Türevlendirme</b>															
Pre-kolon Türevlendirme	50														
Kobracell	1	2	3	4	5	6	8	9	10	11	12	13	14	15	17
	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	30	31	32	33	34
	35	36	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	51	52	53
Yok	28	29	37												
Boş	7	16	38												

## 7. GÖZLEMLER

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü'nün yetkilendirdiği kamu ve özel laboratuvarın başvurusu sonucu 52 katılımcı ile gerçekleşen TOK008 antep fıstığında aflatoksin saptanması yeterlilik test çevrimi sonucunda katılımcıların büyük çoğunluğunun başarılı olduğu gözlemlenmiştir. Başarılı sonuç yüzdesinin AFL B1 %98, AFL B2 %98, AFL G1 %98, AFL G2 %100 ve Toplam AFL %100 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 13528:2015 “Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons”
- (3) 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.
- (4) Analytical Methods Committee, Robust statistics: a method of coping with outliers, Technical brief No 6, Apr 2001.
- (5) Analytical Methods Committee, Robust Statistics – How Not To Reject Outliers, Part 1. Basic Concepts. Analyst, 1989, Vol.114, 1693 – 1697.
- (6) 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.