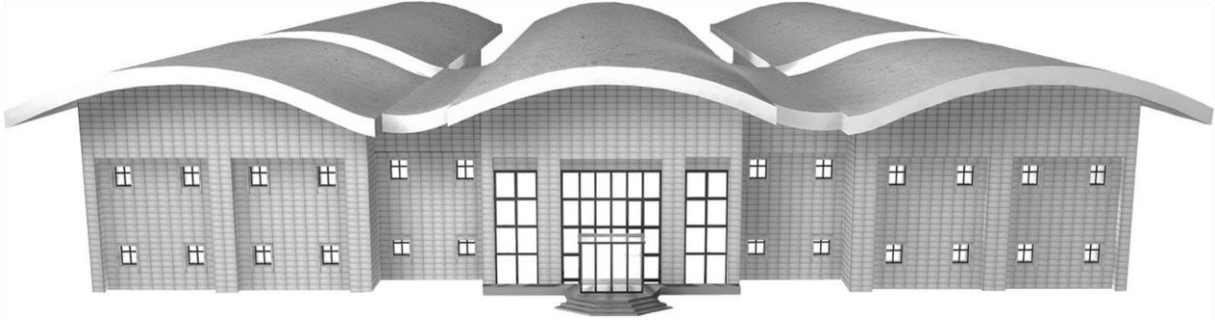




T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



AB-0015-YT
UGRL YT Raporu-TOK009
14.05.2019



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Kuru İncirde Aflatoksin Saptanması Yeterlilik Testi
UGRL YT Raporu-TOK009
Nisan-Mayıs 2019

GENEL BİLGİLER

YT Çevrimi Adı: Kuru İncirde Aflatoksin Saptanması

YT Çevrimi Kodu: TOK009

Test Materyali Gönderme Tarihi: 26/03/2019

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 12/04/2019

Rapor Yayın Tarihi: 14/05/2019

Raporu Hazırlayan(lar):



Dr. Gülin ÇETİNKAYA
Mikotoksin Birimi

Çevrim Koordinatörü:



Dr. M. Alp ÇETİNKAYA
Mikotoksin Birim Sorumlusu

YT Koordinatörü:

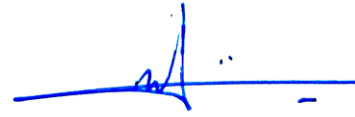


Dr. M. Alp ÇETİNKAYA
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

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

TABLULAR

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.....	9
Tablo 6. $ z \leq 2$ Aralığında Yer Alan z-skoru Sayısı ve Yüzdesi.....	10
Tablo 7. Katılımcı Sonuçları ve z-skorları ($ z > 2$ Aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş 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 Histogram.....	18

ÖZET

Laboratuvar Müdürlüğümüz tarafından “Kuru İncirde 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 TOK009 kodlu kuru incirde aflatoksin saptanması yeterlilik testi materyali başvuruda bulunan katılımcılara 26/03/2019 tarihinde gönderilmiştir.

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

TOK009 kodlu kuru incirde aflatoksin saptanması yeterlilik testi çevrimindeki analitlerin tamamı TS EN ISO/IEC 17043 standardı akreditasyonu kapsamındadır.

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit/Organizma	Atanmış değer (x_{pt}) ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z \leq 2$
AFL B1	4,15	52	52	100
AFL B2	3,22	52	52	100
AFL G1	2,99	51	52	98
AFL G2	3,33	52	52	100
Toplam AFL	13,72	52	52	100

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.

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 parçalanmış kuru incir 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	4,45	3,21	2,73	3,21
σ_{pt}	0,98	0,71	0,60	0,71
0,3 σ_{pt} (kritik değer)	0,29	0,21	0,18	0,21
s_x (örnek ort. std.sapma)	0,13	0,08	0,06	0,10
s_w (örnekler-içi std.sapma)	0,13	0,09	0,06	0,15
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,09	0,05	0,04	0,00
$s_s < 0,3\sigma$	GEÇER	GEÇER	GEÇER	GEÇER

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 23°C ve ulaşım süresi 72 saat olarak kararlılık çalışması planlandı. Kontrol amacıyla derin dondurucuda (-20°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	+23 °C	-20 °C	+4 °C	+23 °C	-20 °C	+4 °C	+23 °C	-20 °C	+4 °C	+23 °C
Süre (gün)	kontrol	20	3	kontrol	20	3	kontrol	20	3	kontrol	20	3
Ortalama	4,38	4,30	4,24	3,16	3,12	3,07	2,67	2,60	2,55	3,18	3,16	3,09
y1 - y2	-	0,09	0,14	-	0,04	0,09	-	0,07	0,12	-	0,03	0,10
u (sıcak.ort.)	-	0,14	0,09	-	0,09	0,07	-	0,07	0,06	-	0,25	0,25
0,3 σ_{pt} + u	-	0,41	0,37	-	0,30	0,28	-	0,27	0,26	-	0,47	0,47
y1 - y2 ≤ 0,3 σ_{pt} +u		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER

3.3. DAĞITIM

Derin dondurucuda (-20°C’de) bulunan kuru incir YT materyalleri 26/03/2019 tarihinde buz akülü straforlu kutulara konularak 53 katılımcıya aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ katılımcılara iletildi.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan kuru incir YT materyalinde bulunan AFL B1, B2, G1, G2 ve toplam AFL düzeyini tespit etmeleri, geri kazanıma göre düzeltilmiş sonuçları $\mu\text{g}/\text{kg}$ 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 (σ_{pt}) genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi ile hesaplandı. Konsantrasyonu 120 ppb'den düşük analitler için kullanılan aşağıdaki eşitlik ile σ_{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

σ_{pt} : yeterlilik standart sapması

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

$$|z| \leq 2 \quad \text{Uygun sonuç}$$

$2 < |z| < 3$ 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 ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİKOTOKSİN**’ 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	52	52	52	52	52
Sonuç aralığı (µg/kg)	3,10-5,43	2,27-4,04	2,04-4,80	1,96-4,55	10,24-17,01
Sonuçların ortancası (µg/kg)	4,30	3,27	2,94	3,40	13,91
Sonuçların ortalaması (µg/kg)	4,15	3,22	3,02	3,30	13,67
Atanmış değer (µg/kg)	4,15	3,22	2,99	3,33	13,72
Sağlam standart sapma	0,59	0,48	0,46	0,46	1,67
$ z \leq 2$ sonuç sayısı	52	52	51	52	52
$2 < z \leq 3$ sonuç sayısı	0	0	1	0	0
$ z > 3$ sonuç sayısı	0	0	0	0	0

Tablo 5. Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları

Analit	Veri sayısı, <i>n</i>	Atanmış Değer, x_{pt} , µg/kg	Belirsizlik, $u(x_{pt})$	Yeterlilik standart sapması, σ_{pt} , µg/kg
AFL B1	52	4,15	0,1029	0,91
AFL B2	52	3,22	0,0827	0,71
AFL G1	52	2,99	0,0798	0,66
AFL G2	52	3,33	0,0792	0,73
Toplam AFL	52	13,72	0,2891	3,02

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	52	52	100
AFL B2	52	52	100
AFL G1	51	52	98
AFL G2	52	52	100
Toplam AFL	52	52	100

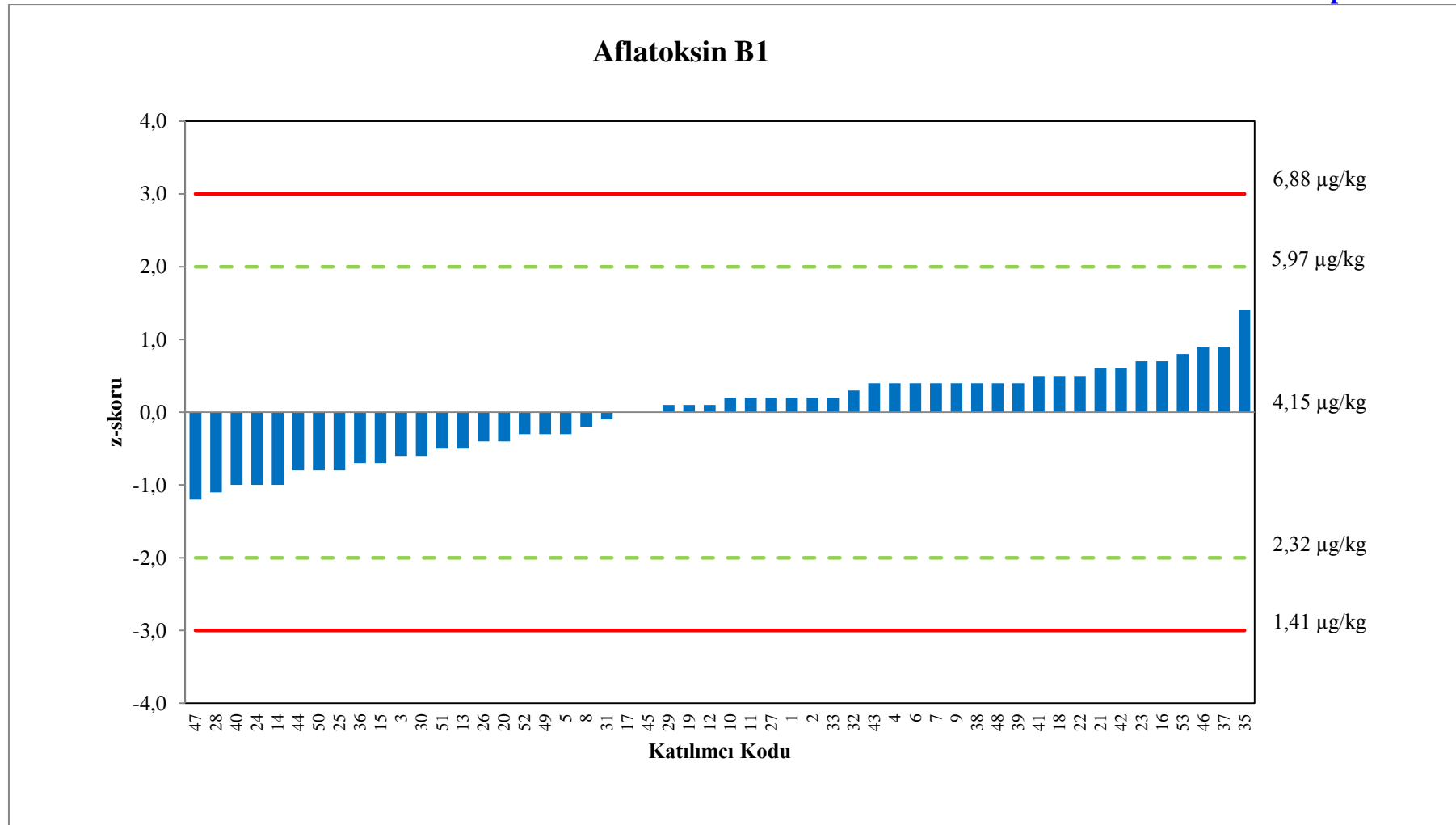
Tablo 7. Katılımcı Sonuçları ve z-skorumları ($|z| > 2$ Aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

KOD	Aflatoksin B1			Aflatoksin B2			Aflatoksin G1			Aflatoksin G2			Toplam Aflatoksin		
	Atanmış Değer		4,15	Atanmış Değer		3,22	Atanmış Değer		2,99	Atanmış Değer		3,33	Atanmış Değer		13,72
	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	4,33	92	0,2	3,49	90	0,4	3,15	88	0,2	3,46	90	0,2	14,46	90	0,2
2	4,35	93	0,2	3,5	92	0,4	2,89	95	-0,2	3,6	92	0,4	14,34		0,2
3	3,58	96	-0,6	2,98	90	-0,3	2,81	94	-0,3	3,26	81	-0,1	12,63		-0,4
4	4,5	103	0,4	3,22	101	0,0	3,17	120	0,3	3,68	109	0,5	14,57		0,3
5	3,89	86	-0,3	2,73	86	-0,7	2,87	86	-0,2	2,4	85	-1,3	11,91	86	-0,6
6	4,51	90	0,4	3,23	92	0,0	3,14	87	0,2	2,39	90	-1,3	13,28	90	-0,1
7	4,51	99	0,4	3,31	91	0,1	3,41	102	0,6	3,23	98	-0,1	14,46		0,2
8	3,93	86	-0,2	3,45	84	0,3	3,71	83	1,1	3,39	70	0,1	14,48		0,3
9	4,51	92	0,4	3,43	103	0,3	3,31	89	0,5	3,62	89	0,4	14,87		0,4
10	4,31	84	0,2	3,13	83	-0,1	2,98	79	0,0	3,42	79	0,1	13,84		0,0
11	4,31	74	0,2	3,52	75	0,4	2,81	78	-0,3	3,46	77	0,2	14,1		0,1
12	4,28	78	0,1	3,55	78	0,5	2,73	79	-0,4	3,34	78	0,0	13,9		0,1
13	3,72	100,05	-0,5	3,22	99,98	0,0	3,43	99,97	0,7	3,49	100,01	0,2	13,86		0,0
14	3,25	95	-1,0	2,51	92	-1,0	2,09	91	-1,4	2,38	77	-1,3	10,24		-1,2
15	3,54	86,52	-0,7	2,93	84,4	-0,4	2,93	79,27	-0,1	3,33	72,89	0,0	12,72		-0,3
16	4,8	96	0,7	3,52	97	0,4	3,5	81	0,8	3,25	85	-0,1	15,07		0,4
17	4,16	94	0,0	3,57	98	0,5	3,04	94	0,1	3,15	89	-0,2	13,92		0,1
18	4,57	90	0,5	3,71	91	0,7	3,11	90	0,2	3,82	90	0,7	15,21		0,5
19	4,24	100	0,1	3,42	100	0,3	4,03	99	1,6	3,71	101	0,5	15,4		0,6
20	3,82	103	-0,4	2,94	110	-0,4	2,84	95	-0,2	3,44	96	0,1	13,04		-0,2
21	4,69	93	0,6	2,92	107	-0,4	3,85	95	1,3	3,52	95	0,3	14,98		0,4
22	4,62	104	0,5	3,79	98	0,8	3,52	98	0,8	3,92	104	0,8	15,85		0,7

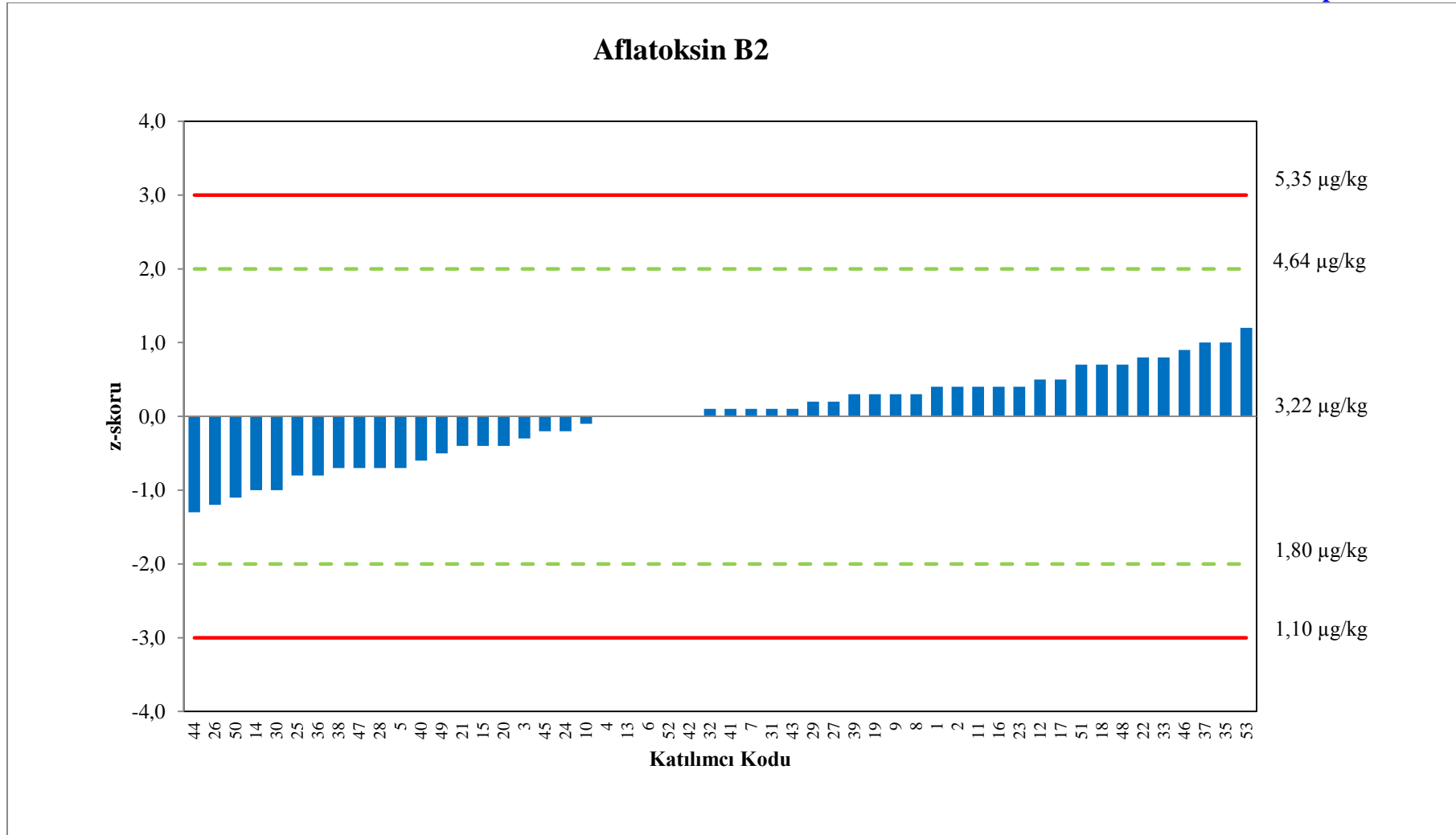
KOD	Aflatoksin B1			Aflatoksin B2			Aflatoksin G1			Aflatoksin G2			Toplam Aflatoksin		
	Atanmış Değer		4,15	Atanmış Değer		3,22	Atanmış Değer		2,99	Atanmış Değer		3,33	Atanmış Değer		13,72
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
23	4,75	98	0,7	3,53	96	0,4	3,4	95	0,6	3,45	95	0,2	15,13		0,5
24	3,24	96	-1,0	3,07	97	-0,2	2,31	95	-1,0	3,22	79	-0,2	11,84		-0,6
25	3,43	99	-0,8	2,64	92	-0,8	2,55	95	-0,7	3,78	93	0,6	12,4		-0,4
26	3,75	92,39	-0,4	2,34	95,09	-1,2	2,91	95,25	-0,1	1,96	86,13	-1,9	10,96		-0,9
27	4,31	95	0,2	3,4	90	0,2	2,88	92	-0,2	3,52	85	0,3	14,11		0,1
28	3,16	93	-1,1	2,71	89	-0,7	2,41	98	-0,9	3,55	50	0,3	11,83		-0,6
29	4,22	89	0,1	3,39	88	0,2	2,81	88	-0,3	3,91	71	0,8	14,34		0,2
30	3,62	83	-0,6	2,53	88	-1,0	2,84	89	-0,2	3,33	90	0,0	12,32		-0,5
31	4,09	84	-0,1	3,31	85	0,1	2,78	80	-0,3	3,4	81	0,1	13,58		0,0
32	4,44	95	0,3	3,26	92	0,1	2,83	94	-0,2	2,85	84	-0,7	13,38		-0,1
33	4,36	108,25	0,2	3,82	99,87	0,8	4,80	98,98	2,7	4,03	99,16	1,0	17,01		1,1
34	SONUÇ BİLDİRMEDİ			SONUÇ BİLDİRMEDİ			SONUÇ BİLDİRMEDİ			SONUÇ BİLDİRMEDİ			SONUÇ BİLDİRMEDİ		
35	5,43	89,8	1,4	3,92	91,3	1,0	3,41	88,9	0,6	3,46	89,7	0,2	16,22		0,8
36	3,52	80	-0,7	2,68	80	-0,8	2,38	93	-0,9	2,66	94	-0,9	11,15	87	-0,9
37	4,99	89,35	0,9	3,91	88,47	1,0	3,18	88,23	0,3	2,86	79,71	-0,6	14,95		0,4
38	4,53	99,7	0,4	2,7	96,7	-0,7	2,32	96,9	-1,0	3,38	95,2	0,1	12,93		-0,3
39	4,55	90	0,4	3,41	87	0,3	3,43	86	0,7	3,46	79	0,2	14,85		0,4
40	3,2	76	-1,0	2,8	82	-0,6	2,6	79	-0,6	2,6	80	-1,0	11,2		-0,8
41	4,56	94	0,5	3,27	99	0,1	3,33	99	0,5	3,95	96	0,8	15,13	97	0,5
42	4,7	88,57	0,6	3,25	89,92	0,0	3,15	89,96	0,2	3,82	72,02	0,7	14,51	87,35	0,3
43	4,49	89	0,4	3,31	91	0,1	3,53	86	0,8	4,55	82	1,7	15,87		0,7
44	3,39	89	-0,8	2,27	97	-1,3	2,44	89	-0,8	2,64	98	-0,9	10,74		-1,0
45	4,18	97	0,0	3,06	96	-0,2	3,13	94	0,2	3,26	90	-0,1	13,63	94	0,0

UGRL YT Raporu-TOK009

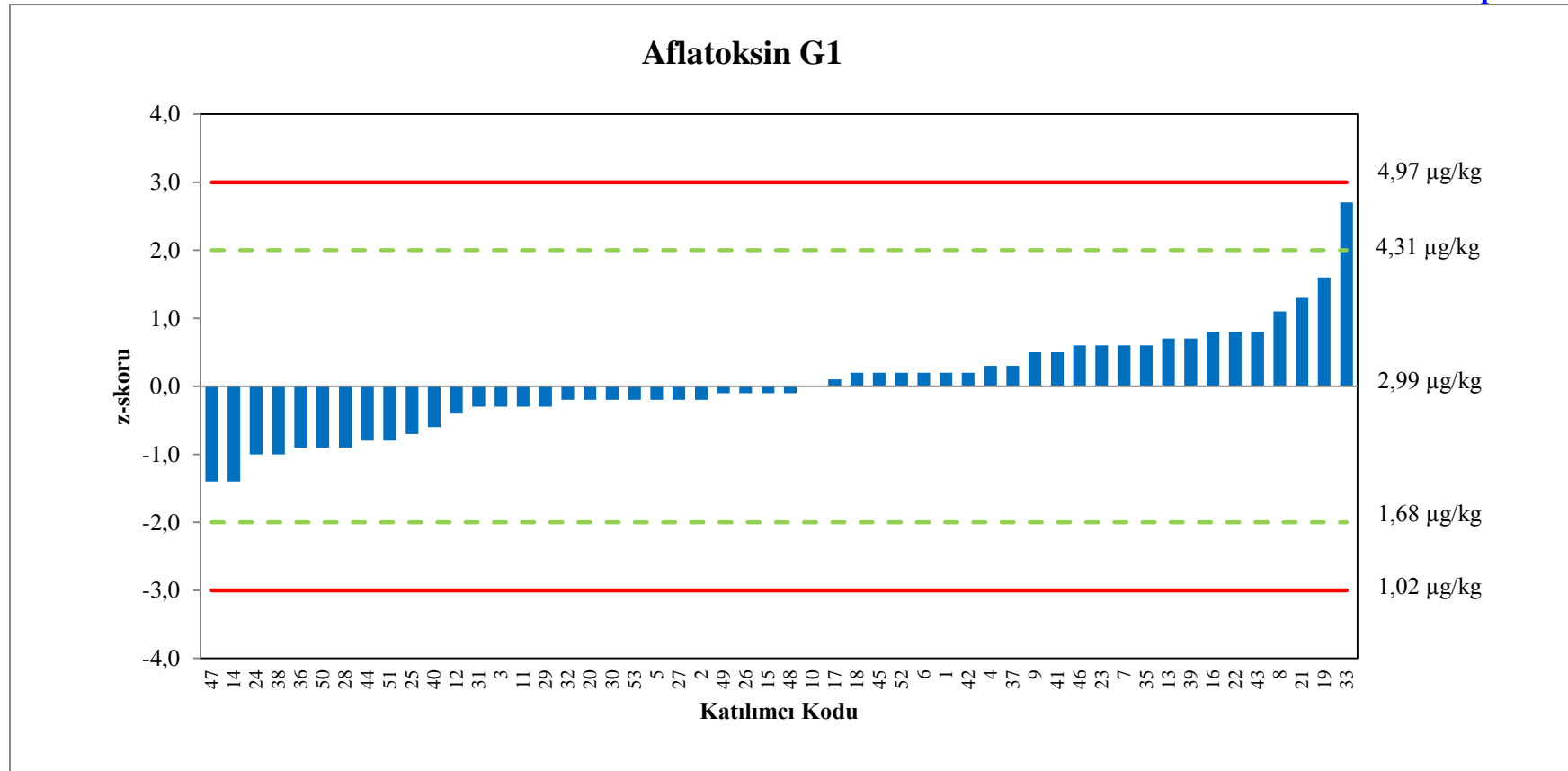
KOD	Aflatoksin B1			Aflatoksin B2			Aflatoksin G1			Aflatoksin G2			Toplam Aflatoksin		
	Atanmış Değer		4,15	Atanmış Değer		3,22	Atanmış Değer		2,99	Atanmış Değer		3,33	Atanmış Değer		13,72
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
46	4,98	91	0,9	3,88	88	0,9	3,38	88	0,6	3,19	80	-0,2	15,43		0,6
47	3,096	92,118	-1,2	2,707	93,246	-0,7	2,042	85,269	-1,4	2,687	88,876	-0,9	10,533		-1,1
48	4,54	89,35	0,4	3,72	88,47	0,7	2,94	88,23	-0,1	3,23	79,71	-0,1	14,38		0,2
49	3,88	74	-0,3	2,84	67	-0,5	2,902	73	-0,1	3,143	76,9	-0,3	12,77		-0,3
50	3,41	100,86	-0,8	2,46	95,22	-1,1	2,39	91,07	-0,9	2,15	81,73	-1,6	10,41	91,23	-1,1
51	3,68	106	-0,5	3,69	75	0,7	2,44	108	-0,8	3,50	74	0,2	13,31	102	-0,1
52	3,83	94	-0,3	3,24	92	0,0	3,13	93	0,2	3,19	95	-0,2	13,38		-0,1
53	4,92	78,76	0,8	4,04	80,8	1,2	2,85	88,74	-0,2	3,81	78	0,7	15,49	81,58	0,6



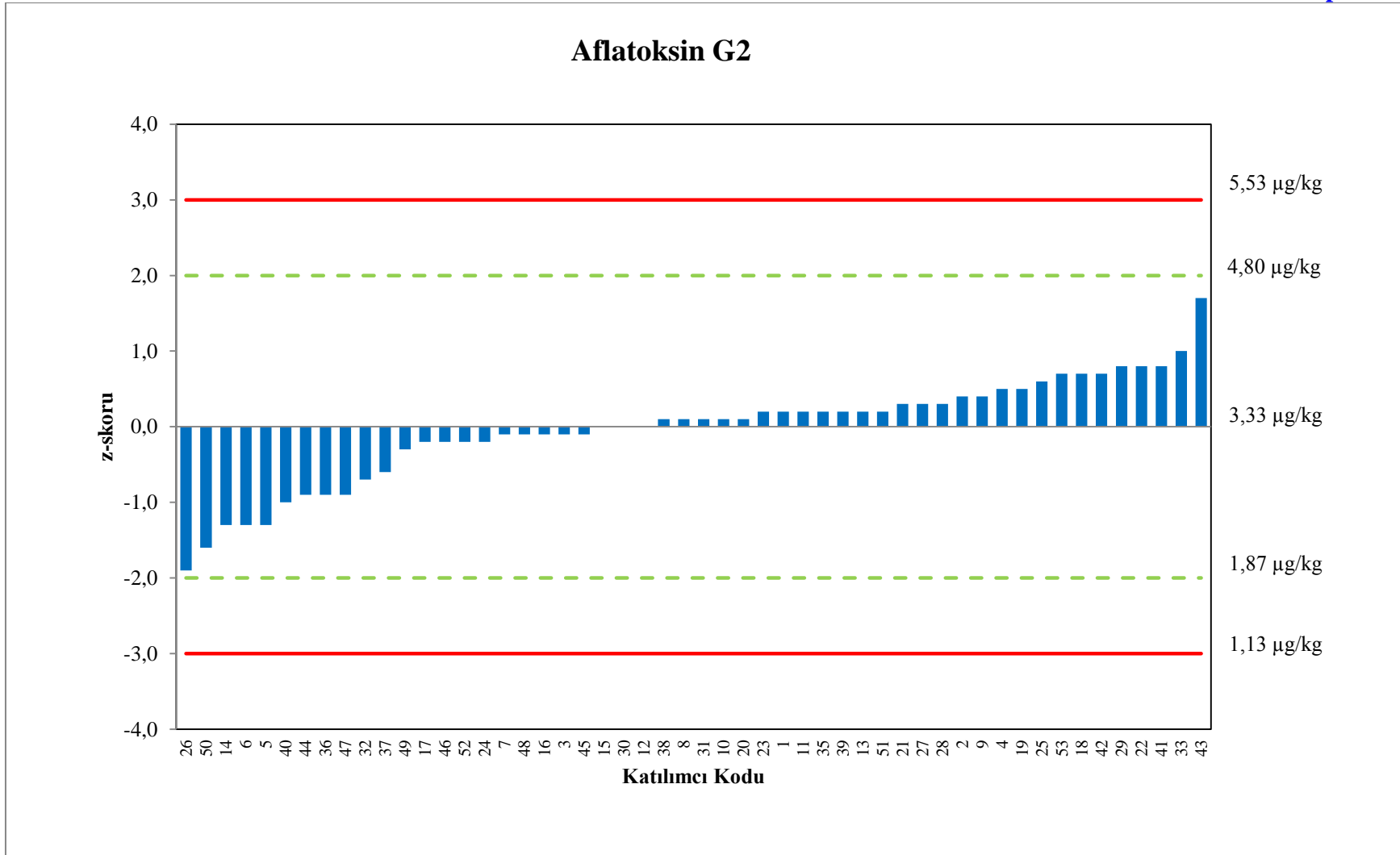
Şekil 1. Aflatoksin B1 z-Skorları Histogramı



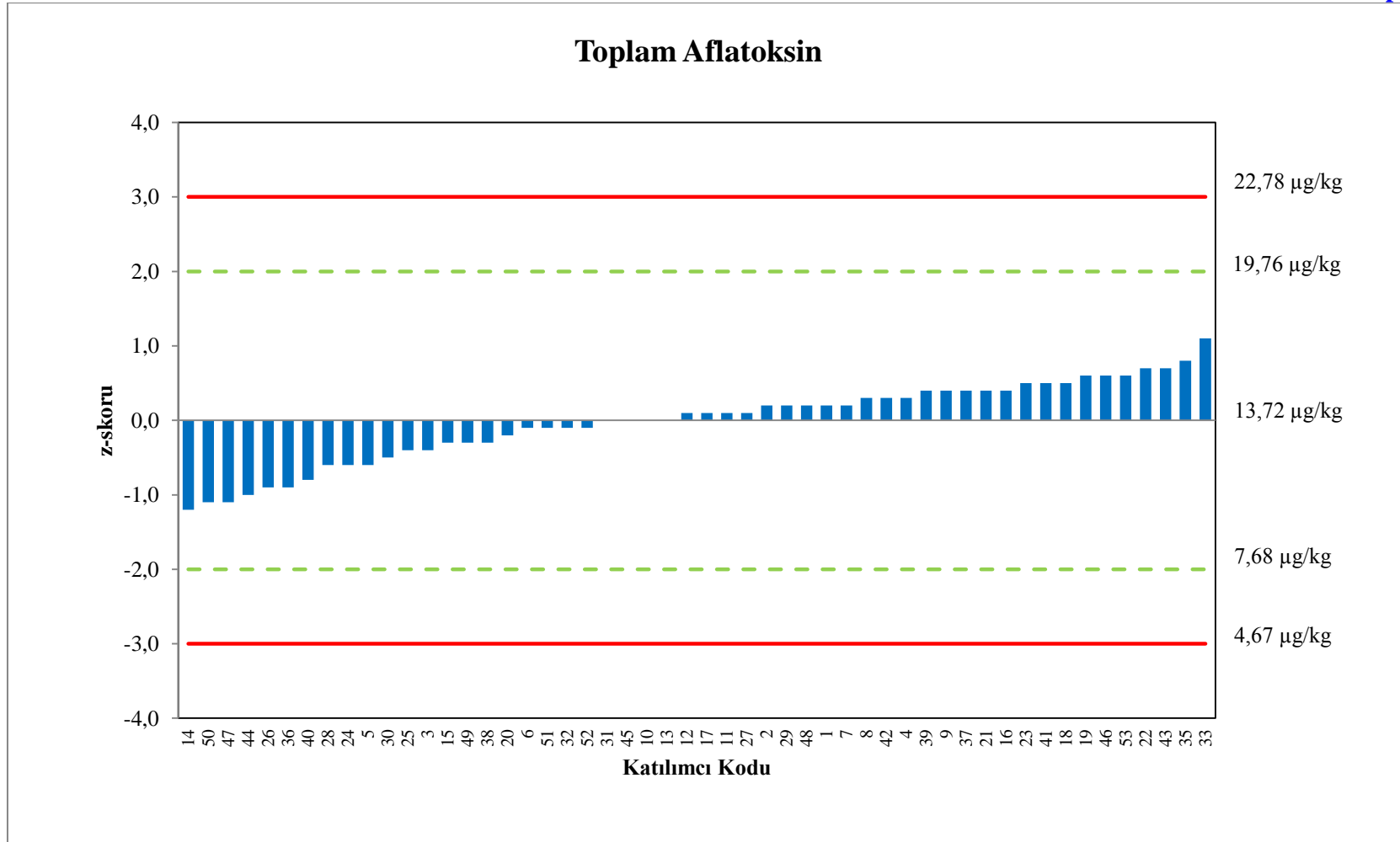
Şekil 2. Aflatoksin B2 z-Skorları Histogramı



Şekil 3. Aflatoksin G1 z-Skorları Histogramı



Şekil 4. Aflatoksin G2 z-Skorları Histogramı



Şekil 5. Toplam Aflatoksin z-Skorları Histogram

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	2 3 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 17 19 20 21 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 35 36 37 39 40 41 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52
Hayır	1 4 5 16 18 22 38 42 53
Metot Kaynağı	
Uluslar arası Standart	1 2 4 5 6 8 9 10 12 14 15 16 17 18 19 20 22 23 24 25 26 28 30 31 32 33 35 36 37 40 42 44 45 46 47 48 49 50 51
Uluslar arası Dergide Yayınlanmış Makale	21
Talimat / Teknik Not / Uygulama Notu	39 41
İşletme-içi Metot	3 7 11 13 29 38 43 52 53
Boş	27
Tartılan numune miktarı (g)	
< 5	47
≥ 5 - < 10	7 9 13 38 43 52
≥ 10 - < 25	36 37 53
≥ 25 - < 50	5 6 10 14 16 21 22 23 27 30 40 44 49
≥ 50	1 2 3 4 8 11 12 15 17 18 19 20 24 25 26 28 29 31 32 33 35 39 41 42 45 46 48 50 51
Ekstraksiyon Solventleri	
Asetonitril / Metanol / Su	16
Asetonitril / Su / Formik asit	7 38 43
Jasem Kit	13 52
Metanol / Su	1 2 3 4 5 6 8 9 10 11 12 14 15 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 35 36 37 39 40 41 42 44 45 46 47 48 50 51 53
Boş	49
Saflaştırma Yöntemi	
IAK	1 2 3 4 5 6 8 9 10 11 12 14 15 16 17 18 19 21 22 23 25 26 27 28 29 31 32 33 35 36 37 39 40 44 45 46 47 48 49 51 53
SPE	30 41 42 50
Boş	7 13 20 24 34 38 43 52
Saflaştırma Kolon/Kartuş Markası	
ACE 5 C18	48
Aflatest Immunoaffinite Kolon	42
Aflastar	5

Aflastar fit	11 12
AOKIN	14 16 21 51
R-Biopharm	1 2 3 6 8 9 10 17 18 22 23 27 29 35 37 39 41 45 46 47 50 53
Romer Labs	20 25 26 31 36 44
VICAM	15 19 28 30 32 33 40
Boş	4 7 13 24 38 43 49 52

Kalibrasyon Standart Markası

Biopure	22
n"TOX	52
LGC	7 41
PA Grup	17 21 47
R-Biopharm	1 2 3 4 5 6 9 11 12 18 26 29 31 35 39 46 53
Romer Labs	16 20 44 51
Sigma Aldrich	19 25 30 32 33 45
Supelco	8 15 24 28 40 42 48
TRC	14 43
Trilogy	10 23 36 37 50
Boş	13 27 38 49

Mikotoksin Belirleme Yöntemi

HPLC-FLD	1 2 3 4 5 6 8 10 11 12 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 35 36 37 39 40 41 42 44 45 46 47 48 49 50 51 53
HPLC-UV	9
LC-MS/MS	7 13 38 43 52

Enjeksiyon Hacmi (µL)

≥ 5 – < 10	13 38
≥ 10 – < 25	3 7 11 12 29 39 43 52
≥ 25 – < 50	20
≥ 50 – < 100	18 30 35 44 53
≥ 100 – < 150	1 4 5 6 8 10 14 15 16 17 19 21 22 23 24 25 26 27 28 31 32 33 36 37 40 41 42 45 47 48 49 50 51
≥ 150	2 9 46

Kolon Sıcaklığı (°C)

> ortam sıcaklığı – < 30	3 7 8 15 17 21 23 24 25 28 30 31 33 41 42 43 48 51
≥ 30 – < 40	4 13 26 32 35 38 44 52
≥ 40 – < 50	1 2 5 6 9 10 11 12 14 16 18 19 20 22 27 29 36 37 39 45 46 47 50 53
Boş	40 49

Mobil Faz

Amonyum format / Metanol / Su / Formik asit	43
Amonyum format / Metanol / Su	7
Su / Metanol / HNO ₃ ve KBr	5 6 11 12 18 23 26 29 39 41 45 50
Metanol / HNO ₃ ve KBr	53

Asetonitril / Metanol / Su	2	37	44																
Metanol / Su	38																		
Jasem Kit	13	52																	
Sodyum bikarbonat/Asetik asit/Asetonitril/Metanol/Su	24																		
Su / Metanol / Asetonitril / HNO ₃ ve KBr	1	3	4	8	9	10	14	15	16	17	19	20	21	22	25				
	27	28	30	31	32	33	35	36	40	42	46	47	48	51					
Boş	49																		
Türevlendirme																			
Pre-kolon Türevlendirme	44																		
Kobracell	1	2	3	4	5	6	8	9	10	11	12	14	15	16	17				
	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32				
	33	35	36	39	40	41	42	45	46	47	48	51	53						
Yok	7	13	43	50	52														
Boş	37	38	49																

7. GÖZLEMLER

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü'nün yetkilendirdiği kamu ve özel laboratuvarın başvurusu sonucu 53 katılımcı ile gerçekleşen TOK009 kuru incirde aflatoksin saptanması yeterlilik test çevrimi sonucunda katılımcıların başarılı olduğu gözlemlenmiştir. Başarılı sonuç yüzdesinin AFL B1 %100, AFL B2 %100, 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.