



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



# YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Hayvan Yeminde Aflatoksinlerin Saptanması**  
**UGRL YT Raporu- TOK010**  
**Kasım-Aralık 2019**

**GENEL BİLGİLER**

**YT Çevrim Kodu ve Adı:** TOK010 Hayvan Yeminde Aflatoksinlerin Saptanması

**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 19/11/2019

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 06/12/2019

**Rapor Yayın Tarihi:** 31/12/2019

**Raporu Hazırlayan(lar):**

  
Dr. Gülin ÇETİNKAYA  
Mikotoksin Bölümü

  
Dr. Sümeyye KABAKCI  
Mikotoksin Bölümü

**Çevrim Koordinatörü:**

  
Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Mikotoksin Bölüm Sorumlusu

**YT Koordinatörü:**

  
Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Yeterlilik Testi Bölüm 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**

<b>ÖZET .....</b>	<b>4</b>
<b>1. GİRİŞ.....</b>	<b>5</b>
<b>2. GİZLİLİK.....</b>	<b>5</b>
<b>3. TEST MATERYALİ.....</b>	<b>6</b>
3.1. HAZIRLAMA .....	6
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....	6
3.3. DAĞITIM.....	7
<b>4. SONUÇLAR .....</b>	<b>7</b>
<b>5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....</b>	<b>8</b>
5.1. ATANMIŞ DEĞER .....	8
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI .....	8
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....	9
5.4. KURU MADDE.....	10
5.5. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR.....	10
<b>6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....</b>	<b>20</b>
<b>7. GÖZLEMLER.....</b>	<b>22</b>
<b>8. REFERANSLAR .....</b>	<b>24</b>

**TABLolar**

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti .....	4
Tablo 2. Homojenlik değerlendirmesine ait özet tablo .....	6
Tablo 3. Kararlılık değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu .....	7
Tablo 4. Her Bir Analit İçin Özet İstatistik Değerlendirmesi .....	11
Tablo 5. Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları .....	11
Tablo 6. Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları .....	11
Tablo 7. Katılımcı Sonuçları ve z-skorları .....	12
Tablo 8. Katılımcı Sonuçları ve zeta-skorları .....	17
Tablo 9. Katılımcı Analiz Bilgileri .....	20
Tablo 10. Kuru maddeye göre düzeltilmiş sonuçların değerlendirilmesi.....	22

**ŞEKİLLER**

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

**ÖZET**

Laboratuvar Müdürlüğümüz tarafından “Hayvan Yeminde Aflatoksinlerin Saptanması” yeterlilik test çevrimi (12)’si kamu ve (35)’i özel laboratuvar olmak üzere toplam (47) laboratuvarın başvurusu ile düzenlenmiştir.

Aflatoksin (AFL) içeriklerinin analiz edilmesi amacıyla TOK010 kodlu hayvan yeminde aflatoksinlerin saptanması yeterlilik testi materyali başvuruda bulunan katılımcılara 19.11.2019 tarihinde gönderilmiştir. Katılımcılardan yeterlilik test materyalinde AFL B1, AFL B2, AFL G1, AFL G2 analitlerinin geri kazanım yüzdesine göre düzeltilerek sonuçları, geri kazanım yüzdeleri, LoQ değerleri istenmiştir. Ayrıca AFL B1 için kuru maddeye göre düzeltilmiş sonuç ve ölçüm belirsizliği istenmiştir. Kabul edilebilir en çok miktar (%12 rutubet içeren yeme göre) 0,01 mg/kg olarak verilmiştir. Buna göre katılımcılardan sonucun verilen sınır değere göre uygun olup olmadığının değerlendirilmesi istenmiştir.

Tüm katılımcılar sonuç bildirmiş olup (47) katılımcının sonuçları uygun istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiş ve atanmış değer hesaplanarak katılımcıların performansı z-skoru ile ortaya konmuştur (Tablo 1). Katılımcılardan istenen AFL B1 KM sonuçlarından ve ölçüm belirsizliklerinden zeta-skoru, minimum ölçüm belirsizliği ( $u_{\min}$ ), maksimum ölçüm belirsizliği ( $u_{\max}$ ) hesaplanarak değerlendirilmiştir.

**Tablo 1.** Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış Değer ( $x_{pt}$ ) µg/kg	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z  \leq 2$
AFL B1	11,21	47	47	100
AFL B2	4,16	47	47	100
AFL G1	4,32	47	47	100
AFL G2	3,65	44	47	94
AFL B1 KM*	11,12	46	47	98

\*AFL B1 KM, katılımcıların geri alma göre düzeltilmiş AFL B1 analit miktarını kuru madde (KM)’ye göre düzelterek bildirdikleri sonuçtur.

## 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 e 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 hayvan yemi yığın materyali 500 µm çapta öğütüldü. Öğütülmüş hayvan yemine AFL B1, AFL B2, AFL G1 ve AFL G2 standartları ilave edildi ve toz karıştırıcıda homojen hale getirildi. Daha sonra yeterlilik test materyali kaplarına her biri yaklaşık 120 gram olacak şekilde aktarıldı, etiketlendi ve kaplar sıra ile numaralandırıldı. Numuneler gönderilecekleri güne kadar buzdolabında (+4°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 [1, 2]. Test materyalinin yeterli homojenliğe sahip olduğu gösterildi. Homojenliğe ait özet bilgi Tablo 2'de verilmektedir.

**Tablo 2.** Homojenlik değerlendirmesine ait özet tablo

	AFL B1 (µg/kg)	AFL B2 (µg/kg)	AFL G1 (µg/kg)	AFL G2 (µg/kg)
Ortalama	11,85	4,05	4,14	3,69
$\sigma_{pt}$	2,61	0,89	0,91	0,81
0,3 $\sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,78	0,27	0,27	0,24
$s_x$ (örnek ort. std.sapma)	0,29	0,11	0,04	0,21
$s_w$ (örnekler-içi std.sapma)	0,44	0,15	0,08	0,18
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	0,00	0,03	0,00	0,17
$s_s < 0,3\sigma$	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>

Kararlılık çalışması için kontrol amacıyla buzdolabında (+4°C'de) muhafaza edilen YTM'ler kullanıldı. Test materyali kargo koşulları için kararlılık çalışması 30°C'de 72 saat olarak planlandı. Test materyali gönderimi öncesi ve katılımcı analiz sonuç son bildirim tarihi sonrası zaman aralığı kararlılık çalışması +4°C'de 21 gün olarak yapılmıştır. YTM gönderim öncesi yapılan ölçüm (y1) referans kabul edilip, katılımcı analiz sonuç son bildirim tarihi sonrası yapılan ölçüm (y2) ve kargo koşulları için YTM'lerde yapılan ölçüm (y3) ile kıyaslandı. Kararlılığa ait özet bilgi Tablo 3'te verilmektedir.

Kararlılığın kontrolü için belirtilen sürelerde tekrarlanabilirlik koşulları altında çift tekrarlı analiz yapıldı. Değerlendirme ISO 13528'e göre yapılarak belirtilen sürelerde test materyalinin yeterli kararlılığa sahip olduğu gösterildi [1, 2].

**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)	+4 °C	+4 °C	30°C	+4 °C	+4 °C	30°C	+4 °C	+4 °C	30°C	+4 °C	+4 °C	30°C
Süre (gün)	kontrol	21	3	kontrol	21	3	kontrol	21	3	kontrol	21	3
Ortalama	11,67	12,07	11,59	4,07	4,30	4,12	4,19	4,37	4,19	4,12	3,91	4,04
y1 - y2	-	0,41	0,08	-	0,24	0,05	-	0,18	0,00	-	0,21	0,08
u (sıcak.ort.)	-	0,34	0,42	-	0,13	0,11	-	0,09	0,12	-	0,16	0,17
0,3 $\sigma_{pt}$ + u	-	1,08	1,16	-	0,41	0,39	-	0,38	0,40	-	0,40	0,41
y1 - y2  ≤ 0,3 $\sigma_{pt}$ +u		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER

### 3.3. DAĞITIM

Buzdolabında (+4°C’de) bulunan hayvan yemi YT materyalleri 19/11/2019 tarihinde ağız kilitli alüminyum paketlere konularak 47 katılımcıya aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ katılımcılara iletildi.

## 4. SONUÇLAR

TOK010 hayvan yemi yeterlilik test materyalinde;

- AFL B1, AFL B2, AFL G1 ve AFL G2 düzeylerini tespit etmeleri,
- Geri kazanıma göre düzeltilmiş sonuçları ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),
- Geri kazanım değerleri (%),
- LoQ değerleri ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) istendi.
- Geri kazanıma göre düzeltilmiş AFL B1 sonuçlarının kuru maddeye göre düzeltilmiş sonucu (AFL B1 KM) ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),
- Kuru madde oranı (%),
- Ölçüm belirsizliği ( $\pm \mu\text{g}/\text{kg}$ ) katılımcılardan istendi.

Bu sonuçları “**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**”na kaydetmeleri istendi. Katılımcıların kuru madde ölçümü yapmalarının gerektiği “**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**” ile bildirildi. Kabul edilebilir en çok miktar (%12 rutubet içeren yeme göre) 0,01 mg/kg olarak sınır değer olarak verildi. Katılımcılardan bildirilen ölçüm belirsizlikleri de

dikkate alınarak sonucun (AFL B1 KM) verilen sınır değere göre uygun olup olmadığının değerlendirilmesi istenmiştir.

Başvuruda bulunan (47) katılımcının (47)'si tarafından sonuçlar tarafımıza iletildi. Sonuç bildiren (31) katılımcı AFL B1, AFL B2, AFL G1, AFL G2 analitlerinin tamamına ait sonuçları; (16) katılımcı ise yalnız AFL B1 sonucunu bildirmiştir. AFL B1 analitinin kuru maddeye göre düzeltilmiş sonucunu (47) katılımcının tamamı bildirmiştir.

### 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 [3, 4]. Sağlam ortalama atanmış değer ( $x_{pt}$ ) olarak alındı ve belirsizliği  $u(x_{pt})$  sağlam standart sapma ile hesaplandı [2]. 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 [5].

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

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



### 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

#### 5.3.1. z-skoru

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 [6]:

$|z| \leq 2$  Uygun sonuç

$2 < |z|$  Uygun olmayan sonuç

#### 5.3.2. zeta-skoru

Her bir katılımcının performansı ISO 13528'e göre zeta-skoru cinsinden ifade edilmektedir [2].

$$\zeta = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{u^2(x_i) + u^2(x_{pt})}}$$

$x_i$  : katılımcı tarafından raporlanan ölçüm sonucu

$x_{pt}$  : atanmış değer

$u(x_i)$  : katılımcı sonucunun standart belirsizliği

$u(x_{pt})$  : atanmış değer  $x_{pt}$ 'nin standart belirsizliği

. Katılımcıların atanmış değerden sapmalarını bildirdikleri ölçüm belirsizliği yardımıyla değerlendiren zeta skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [6]:

$|\zeta| \leq 2$  Uygun sonuç

$2 < |\zeta|$  Uygun olmayan sonuç

Maksimum belirsizlik ( $u_{\text{mak}}$ ), bir katılımcının bildirdiği standart belirsizliğinin katılımcıların sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapmasının 1,5 katından fazla olması beklenmez. Bu nedenle,  $u_{\text{mak}}$  bir üst sınır olarak kullanılabilir.  $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$  koşulu sağlandığında katılımcı sonucunun bundan daha küçük bir standart belirsizliğe sahip olması beklenmediğinden  $u_{\text{min}}$  adı verilen

bir limit kullanılabilir.  $u_{\min}$  ve  $u_{\max}$  anormal belirsizlikleri tanımlamak için kullanılmaktadır ve katılımcılar için bilgilendirme amaçlıdır [2].

$$u_{\min} : u(x_i) < u(x_{pt})$$

$$u_{\max} : 1,5 \times s^*$$

$u(x_i)$  : katılımcı sonucunun standart belirsizliği

$u(x_{pt})$  : atanmış değer  $x_{pt}$ 'nin standart belirsizliği

$s^*$  : katılımcı sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapma

### 5.4. KURU MADDE

“Yemlerde İstenmeyen Maddeler Hakkında Tebliğ” e göre %12 rutubet içeren yeme göre düzeltme yapılırken yemin kuru madde içeriği belirlenmeli ve %88 kuru madde (%12 nem) içeren yeme göre düzeltme yapılmalıdır [7].

$$AFL\ B1\ KM = \frac{88 \times c}{KM}$$

$AFL\ B1\ KM$  : Kuru maddeye göre AFL B1 sonucu ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

$c$  : Geri alım yüzdesine göre düzeltilmiş AFL B1 sonucu ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

%88 : Tebliğe göre %12 rutubet içeren yemin kuru madde oranı

$KM$  : Yem numunesinde belirlenen kuru madde oranı

### 5.5. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR

TOK010 Hayvan yeminde aflatoksinlerin saptanması yeterlilik testi için geri kazanım yüzdesine göre düzeltilmiş AFL B1, AFL B2, AFL G1, AFL G2 analitlerinin sonuçlarından performans değerlendirilmesi yapılmış ve z-skorumları hesaplanmıştır. **Geri kazanım yüzdesine göre düzeltilmiş AFL B1 sonucu uygunsuz ( $|z| > 2$ ) olan katılımcılardan düzeltici faaliyet (DF) isteneceği katılımcılara bildirilmiştir.** Kuru maddeye göre düzeltilmiş AFL B1 sonucu (AFL B1 KM) ve ölçüm belirsizliği için de performans değerlendirilmesi yapılmış olup z ve zeta-skorumları hesaplanmıştır ve bu skorlar katılımcıları bilgilendirme amaçlı verilmiştir.

#### 5.5.1. z-skorumları

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4'te, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları Tablo 5'te,  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 6'da verilmektedir. Katılımcıların ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ ile

beyan ettikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 7’de özetlenmektedir ve Şekil 1, 2, 3, 4 ve 5’te histogram ile gösterilmektedir.

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

	AFL B1	AFL B2	AFL G1	AFL G2	AFL B1 KM
Sonuç sayısı	47	47	47	47	47
Sonuç aralığı (µg/kg)	8,74-15,00	2,91-5,57	3,22-5,77	1,92-5,41	8,50-16,26
Sonuçların ortancası (µg/kg)	10,73	4,12	4,22	3,61	10,54
Sonuçların ortalaması (µg/kg)	11,33	4,17	4,36	3,64	11,30
Sağlam standart sapma	1,70	0,79	0,65	0,97	1,70
$ z  \leq 2$ sonuç sayısı	47	47	47	44	46
$2 <  z  \leq 3$ sonuç sayısı	0	0	0	3	1
$ 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, $\sigma_{pt}$ , µg/kg
AFL B1	47	11,21	0,3097	2,47
AFL B2	47	4,16	0,1785	0,92
AFL G1	47	4,32	0,1464	0,95
AFL G2	47	3,65	0,2180	0,80
AFL B1 KM	47	11,12	0,3100	2,45

**Tablo 6.** Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları

Analit	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z  \leq 2$
AFL B1	47	47	100
AFL B2	47	47	100
AFL G1	47	47	100
AFL G2	44	47	94
AFL B1 KM	46	47	98

## UGRL YT Raporu-TOK010

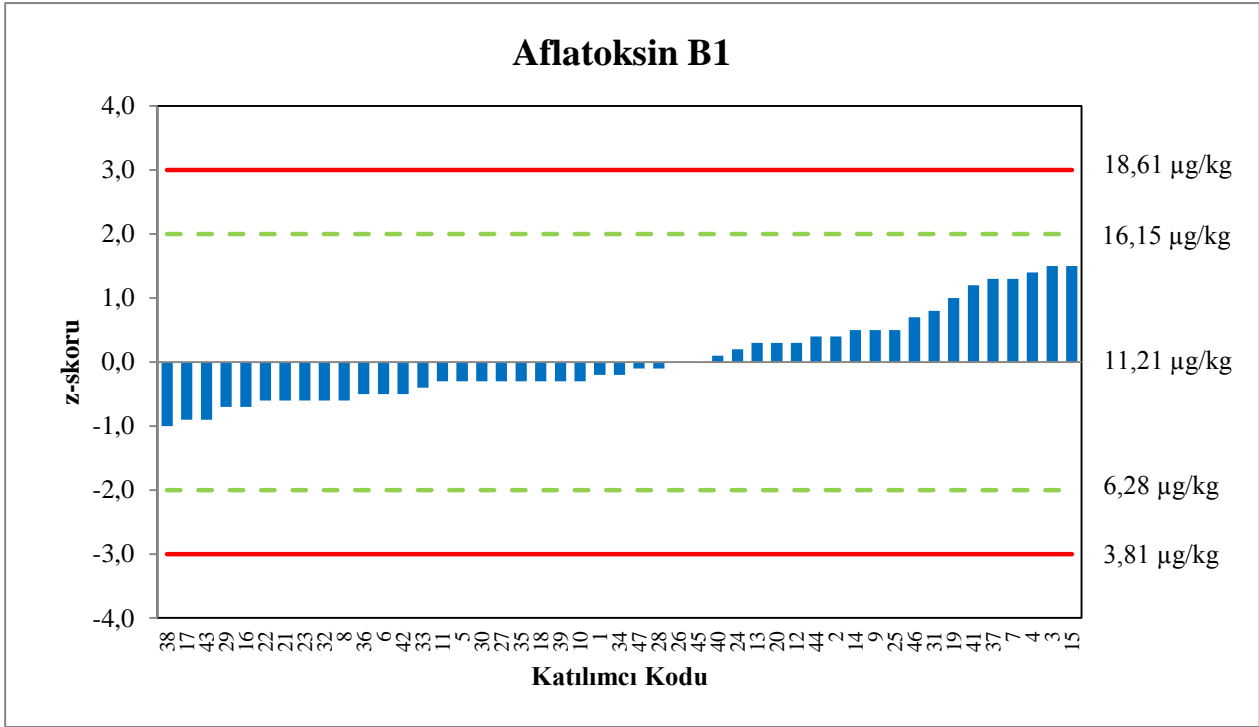
**Tablo 7.** Katılımcı Sonuçları ve z-skorları (  $|z| > 2$  Aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

KOD	Aflatoksin B1			Aflatoksin B2			Aflatoksin G1			Aflatoksin G2			Aflatoksin B1 KM	
	Atanmış Değer		11,21	Atanmış Değer		4,16	Atanmış Değer		4,32	Atanmış Değer		3,65	Atanmış Değer	11,12
	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)	z-skoru
1	10,67	95	-0,2	3,99	99	-0,2	4,01	99	-0,3	3,56	95	-0,1	10,41	-0,3
2	12,22	105	0,4	4,53		0,4	4,68		0,4	2,02		-2,0	12	0,4
3	14,92	92	1,5	5,22	100	1,2	5,64	100	1,4	4,06		0,5	14,62	1,4
4	14,68	95	1,4	5,57	87	1,5	5,17	84	0,9	5,41	79	<b>2,2</b>	14,48	1,4
5	10,41	88	-0,3	4,12	88	0,0	4,15	91	-0,2	3,46	89	-0,2	10,14	-0,4
6	9,93	100	-0,5										9,66	-0,6
7	14,48	90	1,3	5,31	82	1,3	4,52	93	0,2	4,61	90	1,2	16,26	<b>2,1</b>
8	9,85	99	-0,6										9,65	-0,6
9	12,5	73	0,5	3,1	105	-1,2	3,99	86	-0,4	3,02	73	-0,8	12,2	0,4
10	10,53	85	-0,3	4,12	83	0,0	3,51	93	-0,9	1,97	84	<b>-2,1</b>	10,22	-0,4
11	10,37	88	-0,3	4,3	87	0,1	4,81	95	0,5	3,44	105	-0,3	10,14	-0,4
12	12,03	88	0,3										11,78	0,3
13	11,93	132,77	0,3										11,62	0,2
14	12,35	100	0,5	4,92	100	0,8	5,33	100	1,1	5,19	100	1,9	12,06	0,4
15	15	92	1,5	4,06	107	-0,1	5,77	93	1,5	4,02	94	0,5	14,65	1,4
16	9,55	78	-0,7	3,99	75	-0,2	4,02	90	-0,3	3,37	106	-0,3	9,33	-0,7
17	8,95	93	-0,9										10,09	-0,4
18	10,48	96	-0,3	4,34	100	0,2	4,07	98	-0,3	3,39	93	-0,3	10,48	-0,3
19	13,74	98	1,0										13,48	1,0
20	11,96	105	0,3	4,21	99	0,1	4,35	100	0,0	3,9	103	0,3	11,96	0,3
21	9,67	90	-0,6										9,46	-0,7
22	9,66	89	-0,6	3,45	90	-0,8	3,29	83	-1,1	3,9	84	0,3	9,41	-0,7
23	9,73	95,7	-0,6	3,9	93,8	-0,3	4,03	99	-0,3	4,4	72,8	0,9	9,61	-0,6

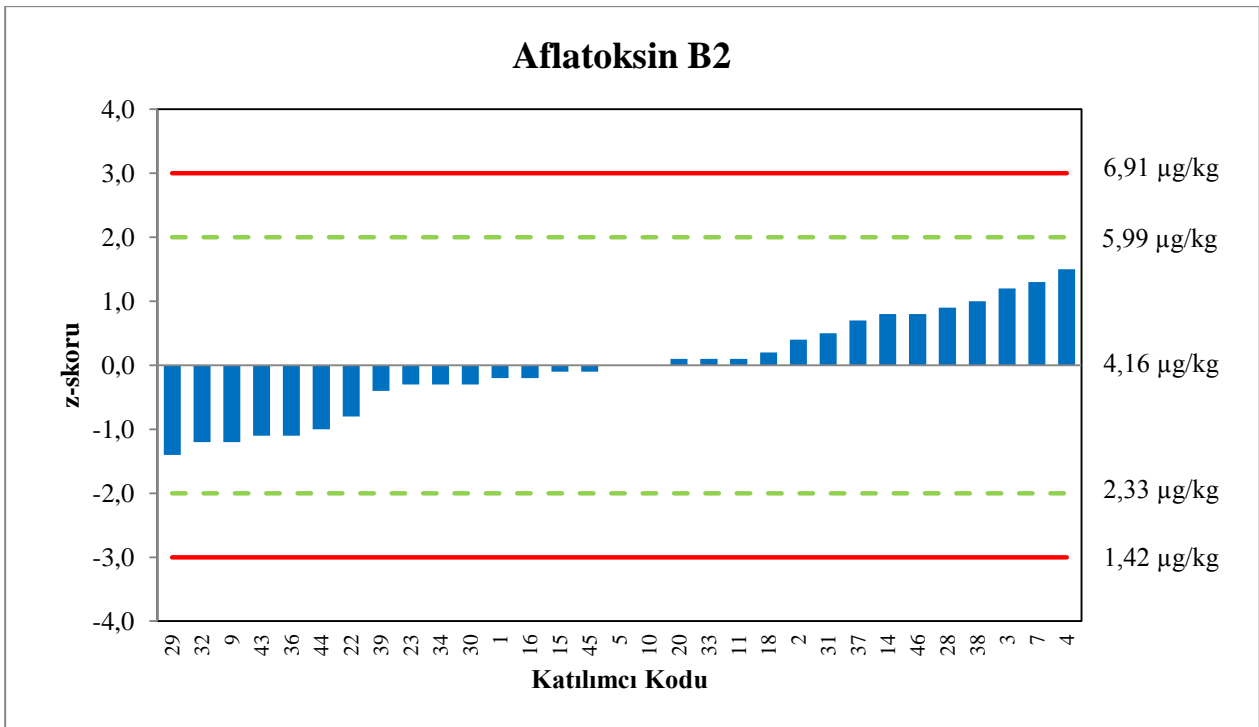
## UGRL YT Raporu-TOK010

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

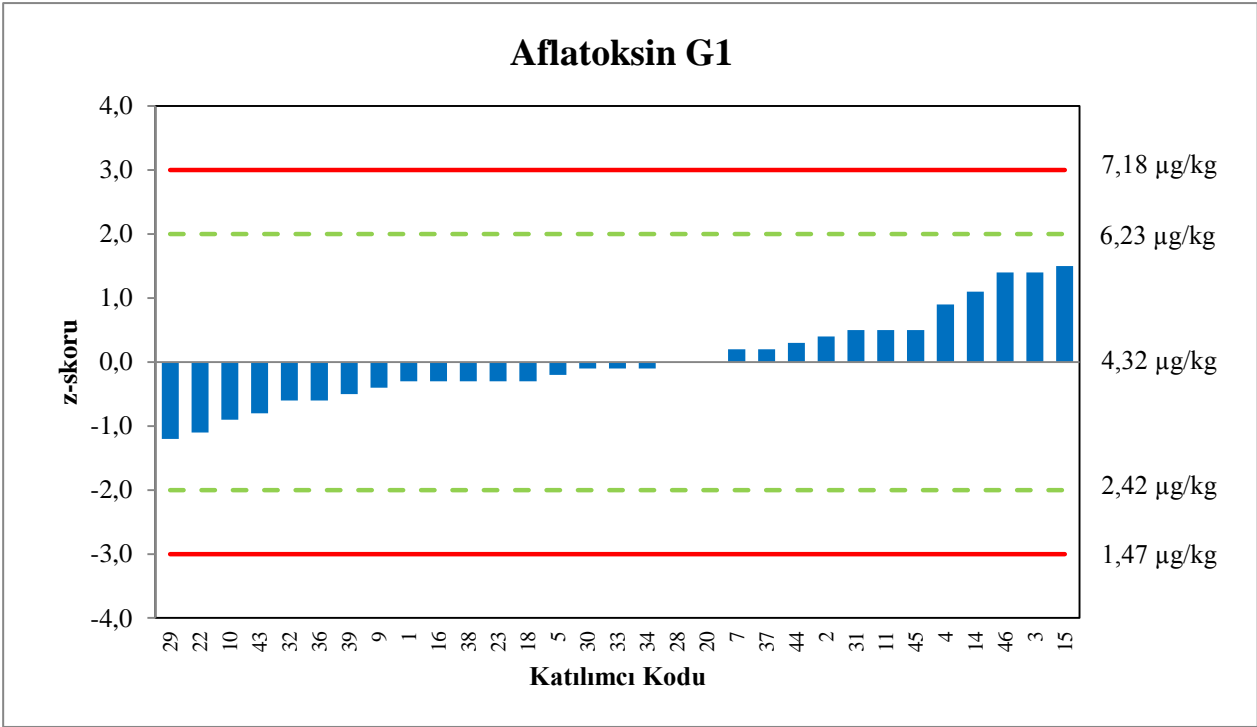
KOD	Aflatoksin B1			Aflatoksin B2			Aflatoksin G1			Aflatoksin G2			Aflatoksin B1 KM	
	Atanmış Değer		11,21	Atanmış Değer		4,16	Atanmış Değer		4,32	Atanmış Değer		3,65	Atanmış Değer	11,12
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skorum	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skorum	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skorum	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skorum	Sonuç (µg/kg)	z-skorum
24	11,69	99,11	0,2										11,54	0,2
25	12,54	94	0,5										12,3	0,5
26	11,18	84	0,0										11,01	0,0
27	10,46	100	-0,3										10,34	-0,3
28	11,08	85	-0,1	4,97	101	0,9	4,34	100	0,0	3,61	102	0,0	10,82	-0,1
29	9,42	96	-0,7	2,91	87	-1,4	3,22	86	-1,2	2,3	85	-1,7	9,53	-0,7
30	10,41	93	-0,3	3,93	90,6	-0,3	4,21	93	-0,1	3,35	88,7	-0,4	10,17	-0,4
31	13,2	86	0,8	4,6	102	0,5	4,8	103	0,5	4,08	98	0,5	12,94	0,7
32	9,74	97	-0,6	3,05	95	-1,2	3,75	96	-0,6	2,51	95	-1,4	9,52	-0,7
33	10,34	88	-0,4	4,29	90	0,1	4,22	88	-0,1	4,29	90	0,8	10,21	-0,4
34	10,73	97	-0,2	3,9	96	-0,3	4,26	96	-0,1	2,95	95	-0,9	10,54	-0,2
35	10,46	95	-0,3										11,75	0,3
36	9,91	93	-0,5	3,19	95	-1,1	3,79	94	-0,6	3	103	-0,8	9,72	-0,6
37	14,47	94,9	1,3	4,82	97,3	0,7	4,55	94,9	0,2	3,98	90,8	0,4	14,19	1,3
38	8,74	101	-1,0	5,12	60	1,0	4,02	92	-0,3	5,05	62	1,8	8,5	-1,1
39	10,51	93,25	-0,3	3,81	93,21	-0,4	3,89	89,2	-0,5	3,66	93,95	0,0	10,16	-0,4
40	11,34	99	0,1										11,22	0,0
41	14,15	96	1,2										16,08	2,0
42	10,07	92	-0,5										9,88	-0,5
43	9,09	113	-0,9	3,15	97	-1,1	3,57	101	-0,8	1,92	77	<b>-2,2</b>	10,05	-0,4
44	12,17	107	0,4	3,29	110	-1,0	4,65	99	0,3	3,07	72	-0,7	13,83	1,1
45	11,29	94	0,0	4,11	90	-0,1	4,81	87	0,5	4,33	88	0,9	9,94	-0,5
46	12,88	99,25	0,7	4,94	100,06	0,8	5,62	100,7	1,4	4,92	102,22	1,6	12,62	0,6
47	10,87	92	-0,1										10,66	-0,2



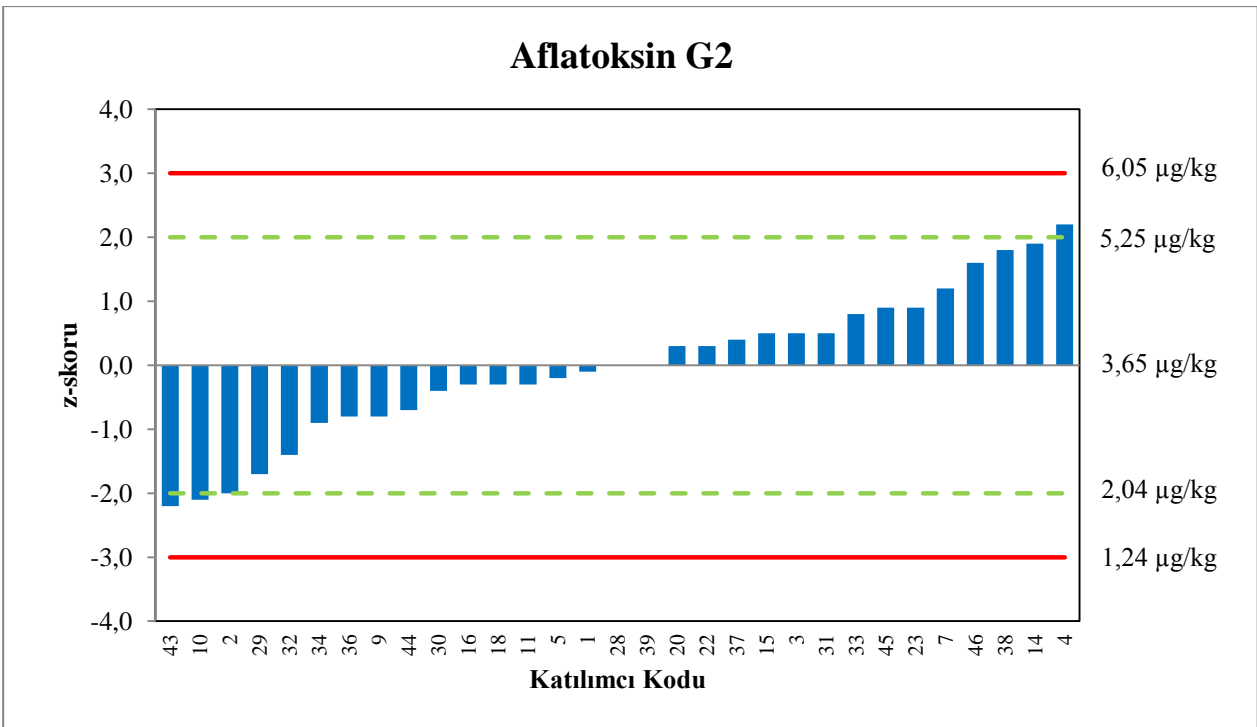
Şekil 1. Aflatoksin B1 z-skorları Histogramı



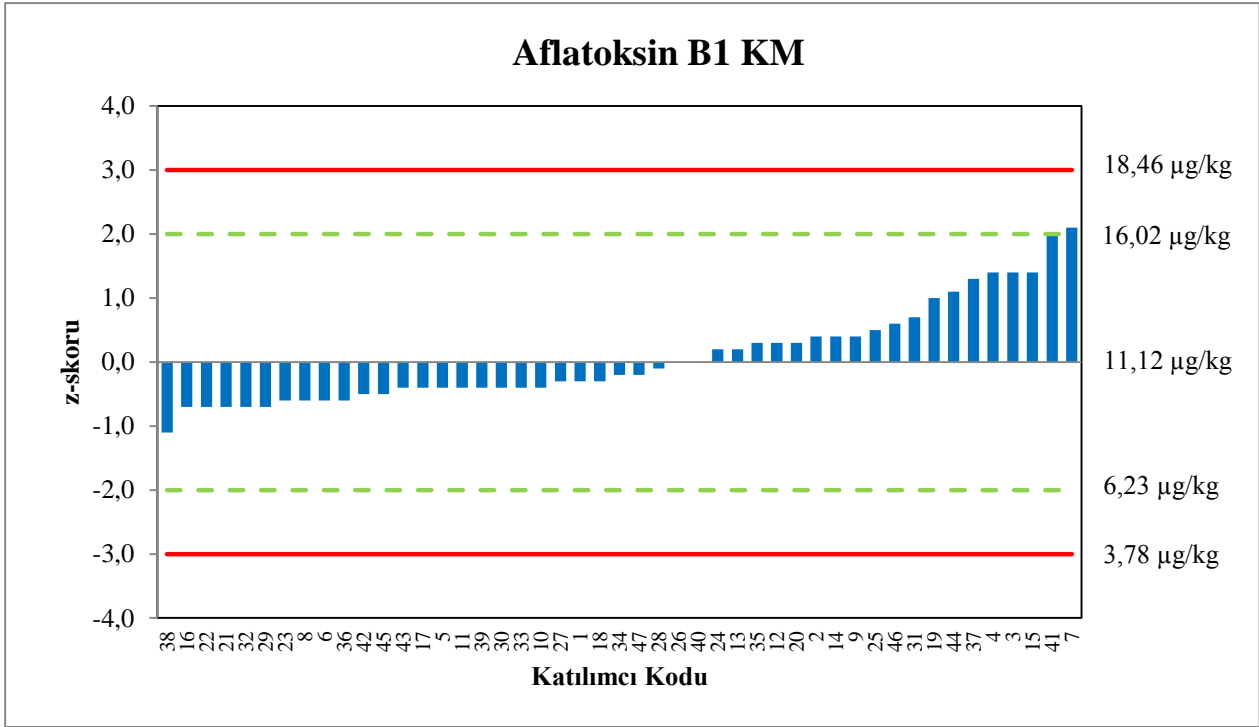
Şekil 2. Aflatoksin B2 z-skorları Histogramı



Şekil 3. Aflatoksin G1 z-skorları Histogramı



Şekil 4. Aflatoksin G2 z-skorları Histogramı



**Şekil 5.** Aflatoksin B1 KM z-skorları Histogramı

### 5.5.2. zeta-skorları

Katılımcılardan TOK010 yeterlilik test materyalinde kendi geri alım yüzdelere göre düzeltilmiş AFL B1 sonucu ve YTM'de kuru madde analizi yaparak bu sonucu (AFL B1), kuru maddeye göre düzeltmeleri istendi (AFL B1 KM). Katılımcıların **'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU'** ile beyan ettikleri AFL B1 KM ve ölçüm belirsizliği sonuçları, hesaplanan z-skorları ve zeta-skorları, hesaplanan belirsizlik oranları,  $u_{\min}$  ve  $u_{\max}$  değerleri ile birlikte Tablo 8'de özetlenmektedir. Tablo 8'de değerlendirme kısmında uygunsuz sonuçlarının değerlendirilmesi bilgilendirme amaçlı katılımcılara sunulmuştur.



## UGRL YT Raporu–TOK010

**Tablo 8.** Katılımcı Sonuçları ve zeta-skorları (  $|\zeta| > 2$  Aralığında yer alan zeta-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

KOD	Katılımcı tarafından bildirilen		Belirsizlik oranı (%)	z-skoru	zeta skoru	$u_{\min}$ ( $u(x_i) < u(x_{pt})$ )	$u_{\max}$ ( $1.5 \times s^*$ )	Değerlendirme
	KM'ye göre düzeltilmiş sonuç ( $\mu\text{g/kg}$ )	Ölçüm belirsizliği ( $\pm \mu\text{g/kg}$ )						
1	10,41	2,5	24	-0,3	-0,6	HAYIR	HAYIR	
2	12,00	3,36	28	0,4	0,5	HAYIR	HAYIR	
3	14,62	5,41	37	1,4	1,3	HAYIR	<b>EVET</b>	Raporlanan sonuç z-skoru ve zeta-skoru uygun olsa da katılımcının bildirdiği belirsizliğin yüksek olması sebebiyle referans değerden uzak olmasına rağmen normal aralıkta çıktığı görülmektedir. Ölçüm belirsizliği hesabındaki bileşenlerden bir veya birkaçının hesaba fazla katıldığı anlaşılmaktadır. Bu nedenle ölçüm belirsizliği hesabının gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
4	14,48	1,74	12	1,4	<b>3,6</b>	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun referans değerden uzak olduğunu göstermektedir.
5	10,14	1,24	12	-0,4	-1,4	HAYIR	HAYIR	
6	9,66	2,12	22	-0,6	-1,3	HAYIR	HAYIR	
7	16,26	4,55	28	<b>2,1</b>	<b>2,2</b>	HAYIR	HAYIR	Katılımcının kuru madde hesabını yanlış yapması sebebiyle z ve zeta-skorları uygun çıkmamıştır.
8	9,65	2,12	22	-0,6	-1,3	HAYIR	HAYIR	
9	12,2	2,9	24	0,4	0,7	HAYIR	HAYIR	
10	10,22	0,15	1	-0,4	<b>-2,8</b>	<b>EVET</b>	HAYIR	Bildirilen belirsizlik çok düşüktür. Bu nedenle ölçüm belirsizliği hesabının gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
11	10,14	0,17	2	-0,4	<b>-3,1</b>	<b>EVET</b>	HAYIR	Bildirilen belirsizlik çok düşüktür. Bu nedenle ölçüm belirsizliği hesabının gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
12	11,78	3,534	30	0,3	0,4	HAYIR	HAYIR	
13	11,62	3,35	29	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
14	12,06	1,24	10	0,4	1,4	HAYIR	HAYIR	
15	14,65	3,05	21	1,4	<b>2,3</b>	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun referans değerden uzak olduğunu göstermektedir.
16	9,33	1,31	14	-0,7	<b>-2,5</b>	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun referans değerden uzak olduğunu göstermektedir.

## UGRL YT Raporu–TOK010

**Tablo 8.** Katılımcı Sonuçları ve zeta-skorları (  $|\zeta| > 2$  Aralığında yer alan zeta-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

KOD	Katılımcı tarafından bildirilen		Belirsizlik oranı (%)	z-skoru	zeta skoru	$u_{\min}$ ( $u(x_i) < u(x_{pt})$ )	$u_{\max}$ ( $1.5 \times s^*$ )	Değerlendirme
	KM'ye göre düzeltilmiş sonuç ( $\mu\text{g/kg}$ )	Ölçüm belirsizliği ( $\pm \mu\text{g/kg}$ )						
17	10,09	1,71	17	-0,4	-1,1	HAYIR	HAYIR	
18	10,48	2,1	20	-0,3	-0,6	HAYIR	HAYIR	
19	13,48	1,89	14	1,0	<b>2,4</b>	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun referans değerden uzak olduğunu göstermektedir.
20	11,96	2,03	17	0,3	0,8	HAYIR	HAYIR	
21	9,46	2,37	25	-0,7	-1,4	HAYIR	HAYIR	
22	9,41	1,89	20	-0,7	-1,7	HAYIR	HAYIR	
23	9,61	2,21	23	-0,6	-1,3	HAYIR	HAYIR	
24	11,54	1,27	11	0,2	0,6	HAYIR	HAYIR	
25	12,3	1,97	16	0,5	1,1	HAYIR	HAYIR	
26	11,01	2,57	23	0,0	-0,1	HAYIR	HAYIR	
27	10,34	1,8	17	-0,3	-0,8	HAYIR	HAYIR	
28	10,82	1,06	10	-0,1	-0,5	HAYIR	HAYIR	
29	9,53	0,08	1	-0,7	<b>-5,1</b>	<b>EVET</b>	HAYIR	Bildirilen belirsizlik çok düşüktür. Bu nedenle ölçüm belirsizliği hesabının gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
30	10,17	2,03	20	-0,4	-0,9	HAYIR	HAYIR	
31	12,94	2,85	22	0,7	1,2	HAYIR	HAYIR	
32	9,52	2,47	26	-0,7	-1,3	HAYIR	HAYIR	
33	10,21	2,05	20	-0,4	-0,9	HAYIR	HAYIR	
34	10,54	1,48	14	-0,2	-0,7	HAYIR	HAYIR	
35	11,75	3,3	28	0,3	0,4	HAYIR	HAYIR	
36	9,72	0,12	1	-0,6	<b>-4,4</b>	<b>EVET</b>	HAYIR	Bildirilen belirsizlik çok düşüktür. Bu nedenle ölçüm belirsizliği hesabının gözden geçirilmesi tavsiye edilir.

## UGRL YT Raporu–TOK010

**Tablo 8.** Katılımcı Sonuçları ve zeta-skorları (  $|\zeta| > 2$  Aralığında yer alan zeta-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

KOD	Katılımcı tarafından bildirilen		Belirsizlik oranı (%)	z-skoru	zeta skoru	$u_{\min}$ ( $u(x_i) < u(x_{pt})$ )	$u_{\max}$ ( $1.5 \times s^*$ )	Değerlendirme
	KM'ye göre düzeltilmiş sonuç ( $\mu\text{g/kg}$ )	Ölçüm belirsizliği ( $\pm \mu\text{g/kg}$ )						
37	14,19	0,99	7	1,3	5,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun referans değerden uzak olduğunu göstermektedir.
38	8,5	1,87	22	-1,1	-2,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun referans değerden uzak olduğunu göstermektedir.
39	10,16	2,07	20	-0,4	-0,9	HAYIR	HAYIR	
40	11,22	3,37	30	0,0	0,1	HAYIR	HAYIR	
41	16,08	4,02	25	2,0	2,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun referans değerden uzak olduğunu göstermektedir.
42	9,88	1,28	13	-0,5	-1,7	HAYIR	HAYIR	
43	10,05	2,46	24	-0,4	-0,8	HAYIR	HAYIR	
44	13,83	4,01	29	1,1	1,3	HAYIR	HAYIR	
45	9,94	2,98	30	-0,5	-0,8	HAYIR	HAYIR	
46	12,62	2,21	18	0,6	1,3	HAYIR	HAYIR	
47	10,66	1,45	14	-0,2	-0,6	HAYIR	HAYIR	

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 9’da sunulmaktadır.

**Tablo 8.** Katılımcı Analiz Bilgileri

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

**Safılaştırma Kolon/Kartuř Markası**

Aokin	11	34																	
Afla Mam	20	31																	
R-Biopharm	1	2	3	4	6	12	13	15	17	19	22	25	27	29	30				
	32	35	36	37	43														
Romer	7	21	33	38	42	44	45												
Vıcam	10	14	18	23	39	46													
Boř	5	8	9	16	24	26	28	40	41	47									

**Kalibrasyon Standart Markası**

A2S	40																		
Biopure	5	6	16	20	22	25													
Dr Ehrenstorfer	34																		
LGC	9	12																	
PA Grup	15	26	27	47															
R-Biopharm	1	2	3	4	13	30	32	33	35	38									
ROMER-Biopure	7																		
Romer Labs	8	42																	
Romers	11																		
Sigma Aldrich	18	19	21	31															
Sigma Supelco	23																		
Supelco	10	14	39	46															
TRC	28																		
Trilogy	17	24	29	36	37	43	44	45											
Boř	41																		

**Mikotoksin Belirleme Yöntemi**

HPLC-FLD	1	2	3	4	7	10	11	12	13	14	15	17	18	19	20				
	21	22	23	25	27	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38				
	39	41	42	43	44	45	46												
HPLC-UV	6	16																	
LC-MS/MS	5	8	9	24	26	28	40	47											

**Enjeksiyon Hacmi (µL)**

≥ 5 – < 10	47																		
≥ 10 – < 25	2	5	8	9	16	24	26	28	34	40	43								
≥ 25 – < 50	42																		
≥ 50 – < 100	22	27	30	32															
≥ 100 – < 150	1	3	4	7	10	11	12	13	14	15	18	19	20	21	23				
	25	29	31	33	35	36	37	38	39	41	44	45	46						
≥ 150	6																		
Boř	17																		

**Kolon Sıcaklığı (°C)**

> ortam sıcaklığı – < 30	5	9	12	13	14	15	17	18	19	20	21	23	25	26	28				
	31	33	36	37	38	46													
≥ 30 – < 40	1	3	8	10	11	16	22	24	27	30	32	35	40	44	45				
	47																		
≥ 40 – < 50	2	4	6	7	29	34	39	42	43										
Boř	41																		

**Mobil Faz**

Amonyum format / Asetonitril / Su / Formik asit	16																		
Amonyum format / Metanol / Su / Amonyum asetat-Formikasit	9																		
Amonyum format / Metanol / Su / Formik asit	5	26	28	47															
Aseton / Metanol / Su / HNO <sub>3</sub> ve KBr	30																		

Asetonitril / Metanol / HNO <sub>3</sub> ve KBr	6	21																		
Asetonitril / Metanol / Su	12	19	22	25	29	42														
Asetonitril / Metanol / Su / HNO <sub>3</sub> ve KBr	2	3	7	10	11	13	14	15	20	23	27	31	33	34	35					
	36	37	38	39	41	46														
Asetonitril / Metanol / Su / HNO <sub>3</sub> ve Sodyum bikarbonat	18																			
Asetonitril / Metanol / Su / KBr	1																			
Jasem Multitoksin Mobil Faz A ve B	40																			
Metanol / Su	24	45																		
Metanol / Su / HNO <sub>3</sub> ve KBr	4	17	32	43	44															
Boş	8																			
<b>Türevlendirme</b>																				
Pre-kolon Türevlendirme	22	41																		
Kobracell	1	2	3	4	6	7	10	11	12	13	14	15	17	18	19					
	20	21	23	25	27	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38					
	39	43	44	45	46															
Yok	5	8	9	16	24	26	28	40	47											
Boş	42																			

**7. GÖZLEMLER**

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü'nün yetkilendirdiği kamu ve özel laboratuvarın başvurusu sonucu 47 katılımcı ile gerçekleşen TOK010 hayvan yeminde aflatoxinlerin saptanması yeterlilik test çevrimi sonucunda katılımcıların başarılı olduğu gözlemlenmiştir. Başarılı sonuç yüzdesinin AFL B1 %100, AFL B2 %100, AFL G1 %100, AFL G2 %94 olduğu görülmektedir.

Yemlerde İstenmeyen Maddeler Hakkında Tebliğ [8] ve Yemlerin Resmî Kontrolü İçin Numune Alma ve Analiz Metotlarına Dair Yönetmelik [7]'e göre aflatoxinlerin tespiti ve değerlendirilmesi genişletilmiş ölçüm belirsizliği, geri kazanım ve %12 nem düzeyi düzeltmesi hesaba katılarak yapılır. Bölüm 5.4'te kuru maddeye göre hesaplama yöntemi verilmiştir. (47) katılımcının (8)'i kuru maddeye göre düzeltilmiş sonucu yanlış hesaplamıştır.

**Tablo 10.** Kuru maddeye göre düzeltilmiş sonuçların değerlendirilmesi (yanlış hesaplayan katılımcılar kırmızı ile işaretlenmiştir)

KOD	Katılımcı tarafından bildirilen		Bildirilmesi gereken KM'ye göre düzeltilmiş sonuç
	KM'ye göre düzeltilmiş sonuç	%KM veya %Nem	
1	10,41	90,27	10,41
2	12,00	89,63	12,00
3	14,62	10,22	14,62
4	14,48	89,23	14,48
5	10,14	90,36	10,14
6	9,66	90,5	9,66
7	16,26	89	14,32
8	9,65	89,86	9,65
9	12,20	90	12,20
10	10,22	91	10,22

**Tablo 10.** Kuru maddeye göre düzeltilmiş sonuçların değerlendirilmesi (yanlış hesaplayan katılımcılar kırmızı ile işaretlenmiştir)

KOD	Katılımcı tarafından bildirilen		Bildirilmesi gereken KM'ye göre düzeltilmiş sonuç
	KM'ye göre düzeltilmiş sonuç	%KM veya %Nem	
11	10,14	89,96	10,14
12	11,78	90	11,78
13	11,62	90,34	11,62
14	12,06	90,09	12,06
15	14,65	90,1	14,65
16	9,33	90,08	9,33
17	10,09	88,7	8,88
18	10,48	88	10,48
19	13,48	10,32	13,48
20	11,96	88	11,96
21	9,46	90	9,46
22	9,41	90,3	9,41
23	9,61	89,1	9,61
24	11,54	89,13	11,54
25	12,30	89,7	12,30
26	11,01	89,4	11,01
27	10,34	88,5	10,34
28	10,82	90,1	10,82
29	9,53	89,24	9,29
30	10,17	90,1	10,17
31	12,94	89,8	12,94
32	9,52	90	9,52
33	10,21	89,08	10,21
34	10,54	89,57	10,54
35	11,75	89,04	10,34
36	9,72	10,27	9,72
37	14,19	89,74	14,19
38	8,50	90,55	8,50
39	10,16	91,11	10,16
40	11,22	88,96	11,22
41	16,08	88	14,15
42	9,88	89,65	9,88
43	10,05	90	8,89
44	13,83	88	12,17
45	9,94	88	11,29
46	12,62	89,96	12,62
47	10,66	89,7	10,66

Yemlerin Resmî Kontrolü İçin Numune Alma ve Analiz Metotlarına Dair Yönetmelik [7]'e göre analiz sonucu, belirlenen maksimum düzeyi aşıyorsa bu yem uygun olmayan yem olarak değerlendirilir. Geri kazanım ve %12 nem düzeltmesi yapılmış analiz sonucu ölçüm belirsizliği ile

raporlandırılır. Uygunluk deęerlendirmesi genişletilmiş ölçüm belirsizlięi düşölerek yapılır. (47) katılımcıdan (3)'ünün (2, 10 ve 22 kodlu laboratuvarlar) bildirdikleri analiz sonucu deęerlendirmesi mevzuata uygun deęildir. “**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**” ile bildirdikleri kuru madde oranına göre düzeltilmiş sonuçtan aynı formda bildirdikleri ölçüm belirsizliklerini çıkarmaları gerekmektedir. Daha sonra aynı formda belirtilen kabul edilebilir maksimum limitle kıyaslamaları gerekmektedir.

## 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) Analytical Methods Committee, Robust statistics: a method of coping with outliers, Technical brief No 6, Apr 2001.
- (4) Analytical Methods Committee, Robust Statistics – How Not To Reject Outliers, Part 1. Basic Concepts. Analyst, 1989, Vol.114, 1693 – 1697.
- (5) 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.
- (6) TÜRKAK- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü, Rev. No:10 -16 Aralık 2019
- (7) Yemlerin Resmî Kontrolü İçin Numune Alma ve Analiz Metotlarına Dair Yönetmelik (21 Ocak 2017 /29955)
- (8) Yemlerde İstenmeyen Maddeler Hakkında Teblię (Teblię No: 2014/11)