



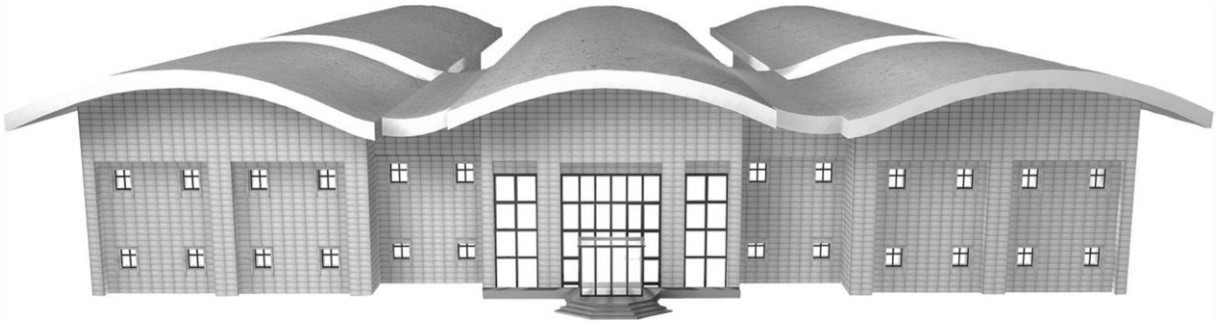
T.C.  
**TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI**  
**Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü**



AB-0015-YT

UGRL YT  
Rapor-TOK012

01-21



# **YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**

**Kuru Üzümde Okratoksin A Saptanması**  
**UGRL YT Raporu-TOK012**  
**Kasım-Aralık 2020**

**GENEL BİLGİLER****YT Çevrim Kodu ve Adı:** TOK012 - Kuru Üzümde Okratoksin A Saptanması**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 17/11/2020**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 04/12/2020**Rapor Yayın Tarihi:** 05/01/2021**Raporu Hazırlayan(lar):**

Dr. Sümeyye

KABAKCI

Mikotoksin Bölümü



Dr. Gülin

ÇETİNKAYA

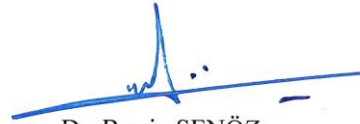
Mikotoksin Bölümü



Dr. M.Alp

ÇETİNKAYA

Mikotoksin Bölümü

**Çevrim Koordinatörü:**Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Mikotoksin Bölümü 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**

<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 DEĞERLENDİRİLMESİ</b> .....	<b>8</b>
5.1. ATANMIŞ DEĞER .....	8
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI .....	8
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....	9
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR.....	10
5.4.1. <i>z</i> -skorları.....	10
5.4.2. <i>zeta</i> -skorları.....	13
<b>6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ</b> .....	<b>16</b>
<b>7. GÖZLEMLER</b> .....	<b>18</b>
<b>8. REFERANSLAR</b> .....	<b>18</b>

**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. Özet istatistik değerlendirmesi .....	11
Tablo 5. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması.....	11
Tablo 6. $ z  \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi .....	11
Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve <i>z</i> -skorları ( $ z  > 2$ Aralığında yer alan <i>z</i> -skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir).....	12
Tablo 8. Okratoksin A <i>zeta</i> -skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri .....	14

**ŞEKİLLER**

Şekil 1. Okratoksin A <i>z</i> -skorları histogramı .....	13
---	----

**ÖZET**

Laboratuvar Müdürlüğümüz tarafından ülkemiz genelinde sekizi (8) kamu ve otuz ikisi (32) özel laboratuvar olmak üzere toplam kırk (40) laboratuvarın katılımı ile “Kuru Üzümde Okratoksin A Saptanması” yeterlilik test çevrimi düzenlenmiştir.

TOK012 kodlu yeterlilik testi materyali kuru üzümde Okratoksin A (OTA) içeriğinin analiz edilmesi amacıyla katılımcılara 17/11/2020 tarihinde gönderilmiştir.

Tüm katılımcılardan tespit ettikleri Okratoksin A miktarının geri kazanım yüzdelerine göre düzeltilmiş sonuçları, geri kazanım yüzdeleri, ölçüm limitleri (LoQ) ve ölçüm belirsizlikleri istenmiştir. Gönderilen sonuçlar uygun istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiş ve atanmış değer hesaplanarak katılımcıların performansı z-skorları belirlenerek ortaya konmuştur (Tablo 1). Bunun yanında ölçüm belirsizliklerinden zeta-skorları belirlenmiş ve sonuca göre beyan ettikleri ölçüm belirsizliği değerlerinin de uygunluğu belirlenmiştir.

***TOK012 kodlu Kuru Üzümde Okratoksin A saptanması yeterlilik testi çevrimindeki analit TS EN ISO/IEC 17043 standardı akreditasyonu kapsamındadır.***

**Tablo 1.** Yeterlilik testi sonuçları özeti

Analit	Atanmış Değer ( $x_{pt}$ ) $\mu\text{g}/\text{kg}$	Toplam z-skor sayısı	$ z  \leq 2$ skor sayısı	% $ z  \leq 2$	Toplam zeta-skor sayısı	$ \zeta  \leq 2$ skor sayısı	% $ \zeta  \leq 2$
OTA	18,61	40	35	88	38	26	68

## 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 kuru üzüm yığın materyali su ile bulamaç haline getirildikten sonra OTA standardı ilave edildi ve homojenizatör yardımı 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 rastgele sayılar oluşturularak tüm yeterlilik test materyalleri içinden 10 adet rastgele seçim sağlandı ve derin dondurucuda saklanan yeterlilik test materyallerinden belirlenen 10 tanesi oda sıcaklığına getirilerek 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 bilgi tablosu

	OTA ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
Ortalama	20,52
$\sigma_{pt}$	4,51
0,3 $\sigma_{pt}$ (kritik değer)	1,35
$s_x$ (örnek ort. std.sapma)	0,26
$s_w$ (örnekler-içi std.sapma)	0,54
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	0,00
$s_s < 0,3\sigma$	<b>GEÇER</b>

Kararlılık çalışmasında kargo gönderiminden önce ölçümü yapılan homojenlik sonuçları referans kontrol değer ( $t_1$ ) olarak kullanıldı. Kararlılık kontrolünde kargo ve mevsim koşullarını temsil etmesi açısından oda sıcaklığında ( $\sim 21^{\circ}\text{C}$ ) 4 gün bekletilmek üzere 6 adet YTM derin dondurucudan çıkartıldı. 3 adedi ( $t_2$ ) belirtilen sürenin sonunda tekrarlanabilirlik koşulları altında çift tekrarlı olacak şekilde çalışıldı. Kalan 3 adet YTM tekrar derin dondurucuya kaldırıldı ( $t_4$ ) ve sonuç son bildirim tarihinden hemen sonra derin dondurucuda bekleyen 3 farklı YTM daha seçilerek ( $t_3$ ) bir arada tekrarlanabilirlik koşulları altında çalışıldı. Kargo koşullarının temsili için analiz edilen YTM sonuçları ( $y_2$ ), derin dondurucuda bekletilen YTM'lerden seçilen numunelerin sonuçları ( $y_3$ ) ve önce kargo

koşullarında bekletilip tekrar derin dondurucuda bekletilen YTM sonuçları (y4), referans değer olan homojenlik testi sonuçları (y1) ile ISO 13528’de belirtilen istatistiksel yöntemler kullanılarak karşılaştırıldı. Karşılaştırma sonuçlarına göre YTM’lerin yeterince kararlı olduğu gösterilmiştir. Kararlılığa ait özet bilgi Tablo 3’te verilmektedir.

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

ANALİT	Okrotoksin A			
	t1 (kontrol)	t2	t3	t4
Sıcaklık (~ °C)	-	+21°C	-20°C	+21 / -20 °C
Süre (gün)	-	4	18	4 + 14
Ortalama	20,52	19,61	21,08	20,73
y1 - y2	-	0,910	0,567	0,211
u (sıcak.ort.)	-	0,548	0,312	0,465
0,3σ <sub>pt</sub> + u	-	1,776	1,540	1,693
y1 - y2   ≤ 0,3σ <sub>pt</sub> + u		<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>	<b>GEÇER</b>

### 3.3. DAĞITIM

Derin dondurucuda (-20°C’de) bulunan kuru üzüm YT materyalleri 17/11/2020 tarihinde buz akülü straforlu kutulara konularak 40 katılımcıya aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ katılımcılara iletildi.

## 4. SONUÇLAR

TOK012 kuru üzüm yeterlilik test materyalinde;

- OTA düzeyini tespit etmeleri,
- Geri kazanıma göre düzeltilmiş sonuç (µg/kg),
- Geri kazanım yüzdesi (%),
- LoQ değerleri (µg/kg),
- Ölçüm belirsizliği (± µg/kg) değerleri katılımcılardan istenmiştir.

Bu sonuçları “**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**”na kaydetmeleri istenmiştir.

Başvuruda bulunan kırk (40) katılımcının tamamı sonuçlarını tarafımıza iletmiştir. Sonuç bildiren kırk (40) katılımcının sadece bir (1) tanesi OTA sonucuna ait geri kazanım yüzdesi bildirmediğinden katılımcıya ait sonuç atanmış değer hesabında kullanılmamıştır. İki (2) katılımcı tarafından LoQ değeri ve sonuca ait ölçüm belirsizliği metot validasyon ve ölçüm belirsizliği raporları bulunmadığından bildirilememiştir.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından elde edilen uzlaşma değeri kullanılmıştır. İletilen sonuçlardan atanmış değer belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirilmiştir. 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.) yapılmıştır. Bu değerlendirmelerin sonrasında tüm sonuçlardan sağlam ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.

### 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 belirlenmiştir [3, 4]. Sağlam ortalama atanmış değer ( $x_{pt}$ ) olarak alınmış ve belirsizliği  $u(x_{pt})$  sağlam standart sapma ile hesaplanmıştır [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 hesaplanmıştır. 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]:

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

$$2 < |z| \quad \text{Uygun olmayan sonuç}$$

#### 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]:

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

$$2 < |\zeta| \quad \text{Uygun olmayan sonuç}$$

Katılımcı sonuçlarının belirsizliklerinin değerlendirilmesinde, maksimum belirsizlik ( $u_{\text{mak}}$ ) ve minimum belirsizlik ( $u_{\text{min}}$ ) değerleri kullanılmıştır. ISO 13528'e göre, bir üst sınır olan  $u_{\text{mak}}$ 'un, katılımcıların sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapmasının 1,5 katından fazla olmaması gerekmektedir.  $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$  koşulu sağladığında ise, katılımcı sonucunun bundan daha küçük bir

belirsizliğe sahip olması beklenmektedir. Bu nedenle,  $u(x_{pt})$ ,  $u_{min}$  adı verilen bir alt sınır olarak kullanılabilir.  $u_{min}$  ve  $u_{mak}$ , anormal belirsizlikleri tanımlamak için kullanılan sınırlar olup; katılımcılar için bilgilendirme amaçlı yapılmıştır [2].

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

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

$$u(x_i) : \text{katılımcı sonucunun standart belirsizliği}$$

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

$$s^* : \text{katılımcı sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapma}$$

#### 5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR

TOK012 Kuru Üzümde Okratoksin A saptanması yeterlilik testi için bildirilen OTA sonuçlarından performans değerlendirilmesi yapılmış ve z-skorları hesaplanmıştır. Ölçüm belirsizliği performans değerlendirilmesi de yapılmış olup; zeta-skorları hesaplanmıştır. Hesaplanan zeta skorları, katılımcılara bilgilendirme amaçlı verilmiştir.

##### 5.4.1. z-skorları

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'de histogram ile gösterilmektedir.

**Tablo 4.** Özet istatistik değerlendirmesi

OTA	
Gönderilen Sonuç Sayısı	40
Geçerli Sonuç Sayısı ( $x_{pt}$ hesaplanan)	39
Sonuç aralığı ( $\mu\text{g/kg}$ )	5,7 - 24,07
Sonuçların ortalaması ( $\mu\text{g/kg}$ )	19,14
Sonuçların ortancası ( $\mu\text{g/kg}$ )	19,27
Atanmış değer ( $\mu\text{g/kg}$ )	<b>18,61</b>
Sağlam standart sapma	3,57
$ z  \leq 2$ sonuç sayısı	35
$ z  > 2$ sonuç sayısı	5
$ \zeta  \leq 2$ sonuç sayısı	26
$ \zeta  > 2$ sonuç sayısı	12

**Tablo 5.** Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması

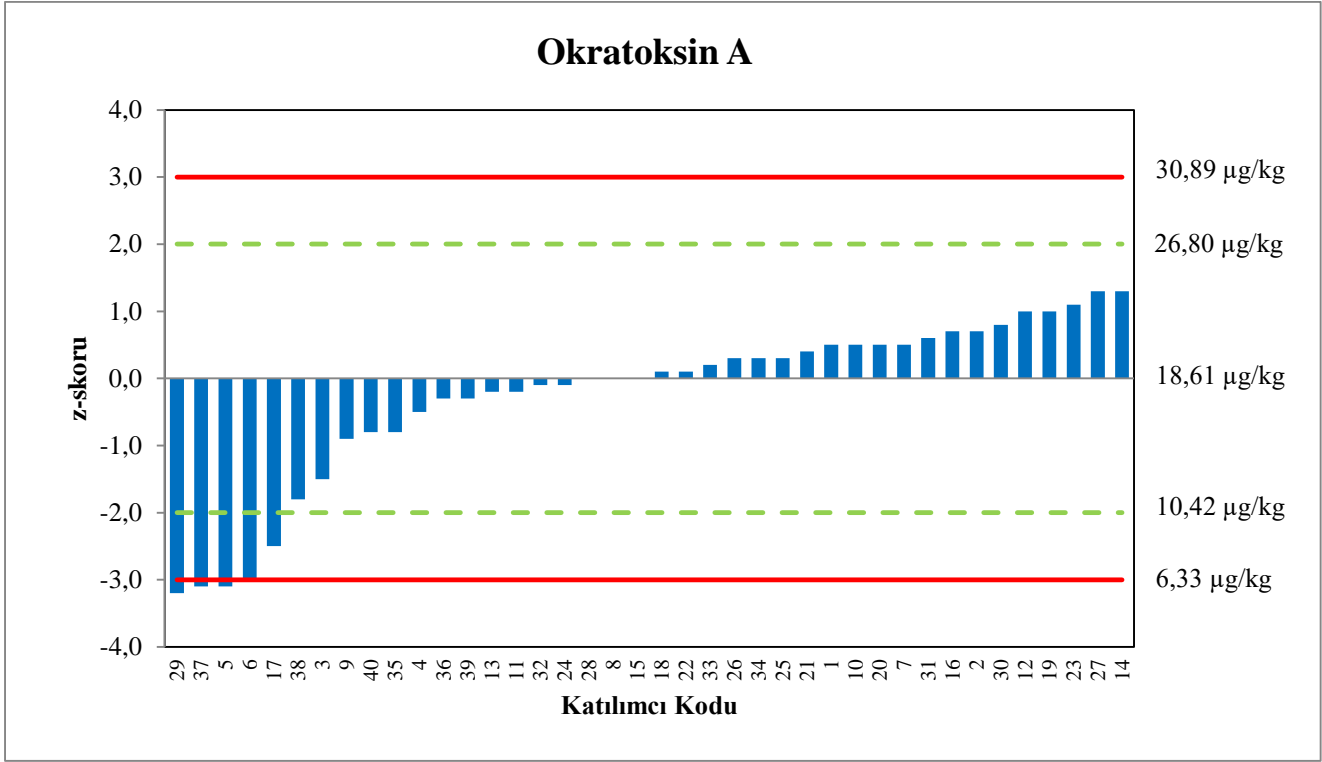
Analit	Veri sayısı, $n$	Atanmış Değer, $x_{pt}, \mu\text{g/kg}$	Belirsizlik, $(u(x_{pt}))$	Yeterlilik standart sapması, $\sigma_{pt},$ $\mu\text{g/kg}$
OTA	39	18,61	0,71	4,09

**Tablo 6.**  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi

Analit	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam z-skor sayısı	% $ z  \leq 2$
OTA	35	40	88

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

KOD	Okrotoksin A			KOD	Okrotoksin A		
	Atanmış Değer	18,61 µg/kg			Atanmış Değer	18,61 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
1	20,49	100	0,5	21	20,37	86	0,4
2	21,58	90	0,7	22	19,19	104	0,1
3	12,50	91	-1,5	23	22,98	76,85	1,1
4	16,53	83	-0,5	24	18,12	75	-0,1
5	6,10	96	<b>-3,1</b>	25	19,99	84	0,3
6	6,26	102	<b>-3,0</b>	26	19,80	71	0,3
7	20,67	100	0,5	27	23,74	83	1,3
8	18,50	89	0,0	28	18,47	98	0,0
9	15,08	98	-0,9	29	5,70	95	<b>-3,2</b>
10	20,55	93	0,5	30	21,80	90	0,8
11	17,99	77,8	-0,2	31	21,14	84	0,6
12	22,57	99	1,0	32	18,10	100,84	-0,1
13	17,74	91,67	-0,2	33	19,27	87	0,2
14	24,07	98	1,3	34	19,89	94	0,3
15	18,50	94	0,0	35	15,28	75	-0,8
16	21,39	99	0,7	36	17,28	91	-0,3
17	8,49		<b>-2,5</b>	37	6,05	96	<b>-3,1</b>
18	18,99	91	0,1	38	11,28	89	-1,8
19	22,76	107	1,0	39	17,31	92	-0,3
20	20,66	89	0,5	40	15,18	100	-0,8



Şekil 1. Okratoksin A z-skorları histogramı

#### 5.4.2. zeta-skorları

TOK012 Kuru Üzümde Okratoksin A saptanması yeterlilik testinde, katılımcılardan geri kazanım yüzdesine göre düzeltilmiş sonuçları için ölçüm belirsizliği istenmiş ve ölçüm belirsizliği performans değerlendirmesi yapılarak zeta skorları hesaplanmıştır. Okratoksin A'ya ait ölçüm belirsizliği sonuçları, hesaplanan z-skorları ve zeta-skorları, hesaplanan belirsizlik oranları, standart ölçüm belirsizlikleri,  $u_{\min}$  ve  $u_{\max}$  değerleri ile birlikte uygunsuz sonuçların değerlendirilmesi Tablo 8'de özetlenmektedir.

**Tablo 8.** Okratoksin A zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

OKRATOKSİN A									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(x <sub>i</sub> )	z skor	zeta skor	u(x <sub>i</sub> ) < u <sub>min</sub> (u <sub>min</sub> = 0,71)	u(x <sub>i</sub> ) > u <sub>max</sub> (u <sub>max</sub> =5,35)	Değerlendirme
1	20,49	3,69	18,0	1,85	0,5	1,0	HAYIR	HAYIR	
2	21,58	4,32	20,0	2,16	0,7	1,3	HAYIR	HAYIR	
3	12,50	1,50	12,0	0,75	-1,5	-5,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da, zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
4	16,53	2,15	13,0	1,08	-0,5	-1,6	HAYIR	HAYIR	
5	6,10	0,29	4,8	0,15	-3,1	-17,2	EVET	HAYIR	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması çok yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
6	6,26	1,11	17,7	0,56	-3,0	-13,7	EVET	HAYIR	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması çok yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
7	20,67	Ölçüm Belirsizliği Bulunmamaktadır			0,5	-			Değerlendirme Yapılmadı
8	18,50	0,22	1,2	0,11	0,0	-0,2	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
9	15,08	4,34	28,8	2,17	-0,9	-1,5	HAYIR	HAYIR	
10	20,55	3,03	14,7	1,52	0,5	1,2	HAYIR	HAYIR	
11	17,99	5,18	28,8	2,59	-0,2	-0,2	HAYIR	HAYIR	
12	22,57	2,09	9,3	1,05	1,0	3,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da, zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
13	17,74	3,62	20,4	1,81	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	
14	24,07	6,60	27,4	3,30	1,3	1,6	HAYIR	HAYIR	
15	18,50	2,22	12,0	1,11	0,0	-0,1	HAYIR	HAYIR	
16	21,39	3,12	14,6	1,56	0,7	1,6	HAYIR	HAYIR	
17	8,49	Ölçüm Belirsizliği Bulunmamaktadır			-2,5	-			Değerlendirme Yapılmadı
18	18,99	0,34	1,8	0,17	0,1	0,5	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
19	22,76	1,98	8,7	0,99	1,0	3,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da, zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
20	20,66	2,07	10,0	1,04	0,5	1,6	HAYIR	HAYIR	
21	20,37	4,48	22,0	2,24	0,4	0,7	HAYIR	HAYIR	

**Tablo 8.** Okratoksin A zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

OKRATOKSİN A									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(x <sub>i</sub> )	z skor	zeta skor	u(x <sub>i</sub> ) < u <sub>min</sub> (u <sub>min</sub> = 0,71)	u(x <sub>i</sub> ) > u <sub>max</sub> (u <sub>max</sub> =5,35)	Değerlendirme
22	19,19	3,84	20,0	1,92	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
23	22,98	4,14	18,0	2,07	1,1	2,0	HAYIR	HAYIR	
24	18,12	2,55	14,1	1,28	-0,1	-0,3	HAYIR	HAYIR	
25	19,99	0,15	0,8	0,08	0,3	1,9	<b>EVET</b>	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
26	19,80	3,56	18,0	1,78	0,3	0,6	HAYIR	HAYIR	
27	23,74	3,52	14,8	1,76	1,3	<b>2,7</b>	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da, zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
28	18,47	4,06	22,0	2,03	0,0	-0,1	HAYIR	HAYIR	
29	5,70	1,40	24,6	0,70	<b>-3,2</b>	<b>-12,9</b>	<b>EVET</b>	HAYIR	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması çok yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
30	21,80	1,94	8,9	0,97	0,8	<b>2,6</b>	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da, zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
31	21,14	2,96	14,0	1,48	0,6	1,5	HAYIR	HAYIR	
32	18,10	0,99	5,5	0,50	-0,1	-0,6	<b>EVET</b>	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
33	19,27	6,36	33,0	3,18	0,2	0,2	HAYIR	HAYIR	
34	19,89	5,57	28,0	2,79	0,3	0,4	HAYIR	HAYIR	
35	15,28	1,68	11,0	0,84	-0,8	<b>-3,0</b>	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da, zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
36	17,28	3,62	20,9	1,81	-0,3	-0,7	HAYIR	HAYIR	
37	6,05	0,27	4,5	0,14	<b>-3,1</b>	<b>-17,3</b>	<b>EVET</b>	HAYIR	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması çok yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
38	11,28	2,70	23,9	1,35	-1,8	<b>-4,8</b>	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da, zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
39	17,31	0,15	0,9	0,08	-0,3	-1,8	<b>EVET</b>	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
40	15,18	2,16	14,2	1,08	-0,8	<b>-2,6</b>	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç z-skoru aralığında yer alsa da, zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.

**6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ**

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri 40 katılımcı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 9’da sunulmaktadır.

**Tablo 9.** Katılımcı analiz bilgileri

Akredite Metot	
Evet	1 3 5 6 8 9 10 11 12 13 14 15 16 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 32 33 34 35 36 37 39 40
Hayır	2 4 7 17 31 38
Metot Kaynağı	
Uluslar arası Standart	2 6 7 8 13 14 15 16 17 22 24 25 26 28 29 30 32 33 35 37 38 39
Talimat / Teknik Not / Uygulama Notu	1 3 4 11 20 21 23 27 31 34
İşletme-içi Metot	5 10 12 19 36 40
Boş	9 18
Tartılan numune miktarı (g)	
< 5	8 14
≥ 5 - < 10	1 10 19 36
≥ 10 - < 25	2 3 4 6 11 18 20 21 22 25 30 31 33 35 40
≥ 25 - < 50	7 9 13 15 17 23 24 26 27 32 34 37 39
≥ 50	5 12 16 28 29 38
Ekstraksiyon Solventleri	
% 1 sodyum bikarbonat/Su	4
Asetik asit/Asetonitril/Su	22 36
Asetik asit/Fosfat tampon/Metanol/Sodyum bikarbonat	2
Asetik asit/Metanol/Sodyum bikarbonat	15
Asetonitril/Formik asit/Su	19
Asetonitril/Metanol/Su	24 37
Asetonitril/Su	7 14 17 26
Fosfat tampon/Metanol/Sodyum bikarbonat/Tween 20	12
Fosfat tampon/Sodyum bikarbonat	10
Fosfat tampon/Sodyum bikarbonat/Su	31
Metanol	6
Metanol/PBS/Sodyum bikarbonat/Su	32
Metanol/Sodyum bikarbonat	3 11 25 27 30 33 34 35 40
Metanol/Sodyum bikarbonat/Su	23 38
Metanol/Su	5 9 13 21 28 29 39
Sodyum bikarbonat	18
Sodyum bikarbonat/Su	8 16 20
Boş	1
Saflaştırma Yöntemi	
IAK	2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 15 16 17 20 21 23 24 25 26 27 28 30 32 33 34 35 37 38 40



SPE	18	31	39																		
Boş	1	14	19	22	29	36															
<b>Safıştırma Kolon/Kartuş Markası</b>																					
Aokin	5	6	24	26	37																
Aokin ImmunoClean C OTA	38																				
Eurofins Sensi Ochratoxin	25																				
OchraPrep	31																				
R-Biopharm	3	4	7	10	12	13	15	16	21	28	29	32	35	39	40						
R-Biopharm Ochraprep	8	34																			
R-Biopharm Rhone	2	20																			
Romer	11	18	23	27	33																
Sincer	30																				
Tübitak	17																				
Boş	1	9	14	19	22	36															
<b>Kalibrasyon Standart Markası</b>																					
Biopure	21	22																			
Dr. Ehrenstorfer	6	24																			
Fermentek	20																				
LabStandart	8																				
LGC	34																				
n'Tox	25	36	38																		
Pagrup	2																				
R-Biopharm	3	10																			
Romer	18	23	27	33																	
Sigma Aldrich	12	15	16	37	39																
Supelco	4	29	30	31																	
Tachomed	1																				
TRC	5	19	26																		
Trilogy	7	11	13	28	30	32	35	40													
Boş	9	14	17																		
<b>Mikotoksin Belirleme Yöntemi</b>																					
HPLC-FLD	2	3	4	5	6	7	8	10	11	12	13	15	16	17	18						
	20	21	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35						
	37	38	40																		
LC-MS/MS	1	14	19	22	36																
Boş	9	39																			
<b>Enjeksiyon Hacmi (µL)</b>																					
≥ 5 – < 10	11	36																			
≥ 10 – < 25	1	14	19	22																	
≥ 25 – < 50	18																				
≥ 50 – < 100	10	24	25																		
≥ 100 – < 150	2	3	4	5	6	7	8	9	12	13	15	16	17	20	21						
≥ 150	23	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	37	38	39	40						
<b>Kolon Sıcaklığı (°C)</b>																					
> ortam sıcaklığı – < 30	12	16	26	29	31	37	38	40													
≥ 30 – < 40	1	6	10	11	14	19	22	25	36												
≥ 40 – < 50	2	3	4	5	7	8	9	13	15	17	18	20	21	23	24						
	27	28	30	32	33	34	35	39													

**Mobil Faz**

Amonyum format/Asetonitril/Formik asit/Su	22	36																	
Amonyum format/Formik asit/Metanol/Su	19																		
Asetik asit/Asetonitril	11																		
Asetik asit/Asetonitril/Su	2	3	4	6	7	8	9	10	12	13	15	16	17	18	20				
	21	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	40				
Asetik asit/Metanol/Su	39																		
Asetonitril/HNO <sub>3</sub> ve KBr/Metanol/Su	37																		
Asetonitril/Metanol/Su	38																		
Metanol/Su	5	14																	
Boş	1																		

**Türevlendirme**

KobraCell	5	11	37																
Pre-kolon türevlendirme	25																		
Yok	1	3	6	7	8	10	12	13	15	16	17	18	19	20	21				
	22	23	24	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	39				
	40																		
Boş	2	4	9	14	38														

**7. GÖZLEMLER**

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü'nün yetkilendirdiği kamu ve özel laboratuvarın başvurusu sonucu 40 katılımcı ile gerçekleşen “TOK012 Kuru Üzümde Okratoksin A Saptanması” yeterlilik test çevrimi sonucunda katılımcıların otuz beşi (35) uygun z-skoru aralığı olan  $|z| < 2$  aralığında yer almıştır. Bu aralıkta yer alıp başarılı olan katılımcı oranı %88 dir. Ölçüm belirsizliği incelendiğinde uygun zeta-skoru oranı %68 olarak bulunmuştur.

**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.