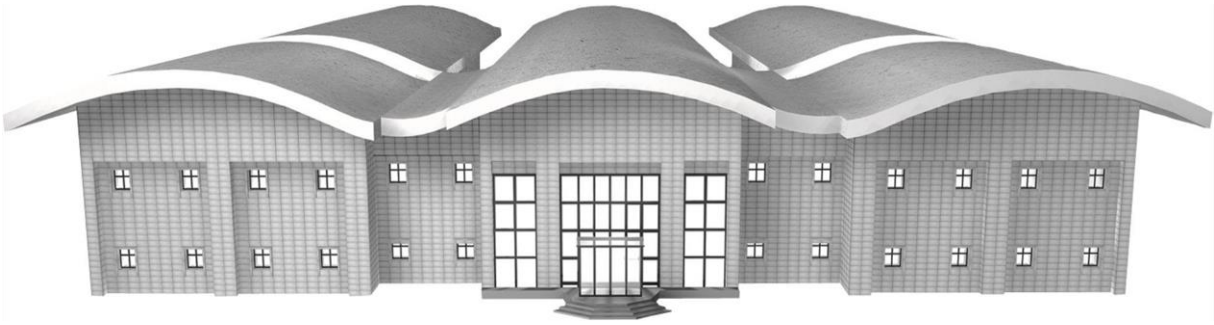




T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü

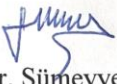


AB-0015-YT
UGRL YT Rapor TOK013
04-21

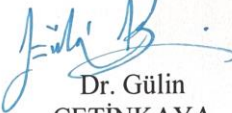


YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU


Kuru İncirde Aflatoksinlerin ve Okratoksin A Saptanması
UGRL YT Raporu- TOK013
Şubat – Nisan 2021

GENEL BİLGİLER**YT Çevrim Kodu ve Adı:** TOK013 Kuru İncirde Aflatoksinlerin ve Okratoksin A Saptanması**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 23/02/2021**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 12/03/2021**Rapor Yayın Tarihi:** 09/04/2021**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 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

ÖZET	5
1. GİRİŞ	6
2. GİZLİLİK	6
3. TEST MATERYALİ	7
3.1. HAZIRLAMA.....	7
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK	7
3.3. DAĞITIM.....	9
4. SONUÇLAR	9
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ	9
5.1. ATANMIŞ DEĞER.....	10
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	10
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME.....	10
5.4. ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ BİLEŞENLERİNİN TOPLANMASI.....	12
5.5. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR	12
5.5.1. <i>z-skorları</i>	12
5.5.2. <i>zeta-skorları</i>	21
5.5.3. <i>Toplam Aflatoksin Ölçüm Belirsizliği</i>	36
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ	40
7. GÖZLEMLER	45
8. REFERANSLAR	47

TABLolar

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....	5
Tablo 2. Homojenlik değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu.....	7
Tablo 3. Kararlılık değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu	8
Tablo 4. Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi.....	13
Tablo 5. $ z \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi	13
Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (AFL B1, AFL B2, AFL G1).....	14
Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (AFL G2, Toplam AFL, OTA).....	16
Tablo 8. Aflatoksin B1 zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri	21
Tablo 9. Aflatoksin B2 zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri	24
Tablo 10. Aflatoksin G1 zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri	27
Tablo 11. Aflatoksin G2 zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri	30
Tablo 12. Okratoksin A zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri	33
Tablo 13. Toplam Aflatoksin için bildirilen ve olması gereken ölçüm belirsizlikleri.....	38
Tablo 14. Katılımcı Analiz Bilgileri (Aflatoksin Analizi).....	40
Tablo 15. Katılımcı Analiz Bilgileri (Okratoksin A Analizi).....	43
Tablo 16. Yıllara göre kuru incir mikotoksin çevrimleri katılımcı başarı oranları (yüzde)	45

ŞEKİLLER

Şekil 1. Aflatoksin B1 z-skorumları histogramı	18
Şekil 2. Aflatoksin B2 z-skorumları histogramı	18
Şekil 3. Aflatoksin G1 z-skorumları histogramı	19
Şekil 4. Aflatoksin G2 z-skorumları histogramı	19
Şekil 5. Toplam Aflatoksin z-skorumları histogramı	20
Şekil 6. Okratoksin A z-skorumları histogramı	20
Şekil 7. Akredite metot kullanımı ve mikotoksin belirleme yöntemi.....	46

ÖZET

Laboratuvar Müdürlüğümüz (UGRL) tarafından ülkemiz genelinde onu (10) kamu ve kırk altısı (46) özel laboratuvar olmak üzere toplam elli altı (56) laboratuvarın katılımı ile “Kuru İncirde Aflatoksinlerin ve Okratoksin A Saptanması” yeterlilik test çevrimi düzenlenmiştir.

TOK013 kodlu yeterlilik testi materyali kuru incirde Aflatoksinlerin (AFL) ve Okratoksin A (OTA) içeriğinin analiz edilmesi amacıyla katılımcılara 23/02/2021 tarihinde gönderilmiştir.

Tüm katılımcılardan tespit ettikleri AFL ve OTA miktarlarının 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. Sonuçlara ait detaylı gözlemler 7.bölüm olan ‘GÖZLEMLER’ kısmında verilmektedir.

TOK013 kodlu Kuru İncirde Aflatoksinlerin ve Okratoksin A saptanması yeterlilik testi çevrimindeki analitlerin tamamı TS EN ISO/IEC 17043 standardı akreditasyonu kapsamındadır.

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Analit	Atanmış Değer (x _{pt}) µg/kg	Toplam z-skor sayısı	z ≤ 2 skor sayısı	% z ≤ 2	Toplam zeta-skor sayısı	ζ ≤ 2 skor sayısı	% ζ ≤ 2
AFL B1	9,41	56	56	100	56	43	77
AFL B2	2,99	56	56	100	56	44	79
AFL G1	6,96	56	56	100	56	40	71
AFL G2	2,61	56	56	100	56	39	70
Toplam AFL	22,00	56	56	100	-	-	-
OTA	8,10	37	37	100	36	24	67

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 Müdürlüğünün Görev Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarına Dair Yönetmelik” 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 kuru incir yığın materyali su ile bulamaç haline getirildikten sonra Aflatoxin (AFL) ve Okratoksin A (OTA) içerikleri tespit edildi. İçeriklerine göre ya standart ilavesi yapıldı ya da doğal kontamine içerik halinde bırakıldı. Homojenizatör yardımı ile homojen hale getirildikten sonra yeterlilik test materyali kaplarına her biri yaklaşık 250 gram olacak şekilde aktararak etiketlendi ve kaplar sıra ile numaralandırıldı. Numuneler gönderilecekleri güne kadar derin dondurucuda ($\sim -22^{\circ}\text{C}$ '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

	AFL B1 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	AFL B2 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	AFL G1 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	AFL G2 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	OTA ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Ortalama	11,33	3,35	7,07	3,07	10,23
σ_{pt}	2,07	0,66	1,53	0,57	1,77
$0,3 \sigma_{pt}$ (kritik değer)	0,62	0,20	0,46	0,17	0,53
s_x (örnek ort. std.sapma)	0,20	0,05	0,10	0,08	0,24
s_w (örnekler-içi std.sapma)	0,37	0,10	0,21	0,12	0,31
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,00	0,00	0,00	0,00	0,08
$s_s < 0,3\sigma_{pt}$	GEÇER	GEÇER	GEÇER	GEÇER	GEÇER

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 (y2), derin dondurucuda bekletilen YTM'lerden seçilen numunelerin sonuçları (y3) 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	Aflatoksin B1				Aflatoksin B2			
	t1	t2	t3	t4	t1	t2	t3	t4
Sıcaklık (~ °C)	-	+21	-22	+21 / -22	-	+21	-22	+21 / -22
Süre (gün)	-	4	26	4+22	-	4	26	4+22
n	20	6	6	6	20	6	6	6
Ortalama	11,33	11,34	11,16	10,96	3,35	3,36	3,34	3,28
Std.Sapma	0,37	0,26	0,33	0,28	0,10	0,08	0,11	0,07
y1 - yX	-	0,01	0,17	0,38	-	0,01	0,01	0,07
0,3 σ_{pt}	0,62				0,20			
y1-yX ≤ 0,3 σ_{pt}		GEÇER	GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER	GEÇER
ANALİT	Aflatoksin G1				Aflatoksin G2			
	t1	t2	t3	t4	t1	t2	t3	t4
Sıcaklık (~ °C)	-	+21	-22	+21 / -22	-	+21	-22	+21 / -22
Süre (gün)	-	4	26	4+22	-	4	26	4+22
n	20	6	6	6	20	6	6	6
Ortalama	7,07	7,02	7,12	6,92	3,07	3,04	2,98	2,91
Std.Sapma	0,21	0,18	0,22	0,18	0,12	0,05	0,07	0,05
y1 - yX	-	0,05	0,05	0,15	-	0,02	0,08	0,16
0,3 σ_{pt}	0,46				0,17			
y1-yX ≤ 0,3 σ_{pt}		GEÇER	GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER	GEÇER
ANALİT	Okrotoksin A							
	t1	t2	t3	t4				
Sıcaklık (~ °C)	-	+21	-22	+21 / -22				
Süre (gün)	-	4	26	4+22				
n	20	6	6	6				
Ortalama	10,23	10,11	9,79	9,92				
Std.Sapma	0,31	0,18	0,49	0,36				
y1 - yX	-	0,12	0,44	0,31				
0,3 σ_{pt}	0,53							
y1-yX ≤ 0,3 σ_{pt}		GEÇER	GEÇER	GEÇER				

3.3. DAĞITIM

Derin dondurucuda (-22°C’de) bulunan kuru incir YT materyalleri 23/02/2021 tarihinde buz akülü straforlu kutulara konularak 56 katılımcıya aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ katılımcılara iletildi.

4. SONUÇLAR

TOK013 kuru incir yeterlilik test materyalinde;

- AFL B1, B2, G1, G2, OTA düzeyini tespit etmeleri,
- Toplam AFL değerini ve ölçüm belirsizliğini hesaplamaları,
- Geri kazanıma göre düzeltilmiş sonuç ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- Geri kazanım yüzdesi (%),
- LoQ değerleri ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- Genişletilmiş ölçüm belirsizliği ($\pm \mu\text{g}/\text{kg}$) ($k=2$) değerleri katılımcılardan istenmiştir.

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

Başvuruda bulunan elli altı (56) katılımcının tamamından AFL sonucu (56) ve kapsamında OTA analizi bulunan otuz yedi katılımcıdan OTA sonucu (37) tarafımıza iletilmiştir. Sonuç bildiren elli altı (56) katılımcının sadece bir (1) tanesi OTA sonucuna ait geri kazanım yüzdesi bildirmediklerinden katılımcıya ait sonuç atanmış değer hesabında kullanılmamıştır. Aynı katılımcı metot validasyon ve ölçüm belirsizliği raporları henüz hazırlanmadığından LoQ değeri ve sonuca ait ölçüm belirsizliğini bildirmemiştir.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından elde edilen uzlaşım 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 (QQ-plot, Kernel Density Plot) yapılmıştır. Bu değerlendirmelerin sonrasında uygun olan 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 (σ_{pt}) genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi ile hesaplanmıştır. Konsantrasyonu 120 ppb'den düşük analitler için kullanılan aşağıdaki eşitlik ile σ_{pt} hesaplanmıştır [5].

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

c : analit konsantrasyonu (atanmış değer)

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

σ_{pt} : yeterlilik standart sapması

Katılımcıların atanmış değerden sapmalarını yeterlilik standart sapması yardımıyla kıyaslayan z-skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [6]:

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

$2 < |z|$ 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 değerlendirilen zeta skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [6]:

$|\zeta| \leq 2$ Uygun sonuç

$2 < |\zeta|$ Uygun olmayan sonuç

Katılımcı sonuçlarının belirsizliklerinin değerlendirilmesinde, maksimum belirsizlik (u_{mak}) ve minimum belirsizlik (u_{min}) değerleri kullanılmıştır. ISO 13528'e göre, bir üst sınır olan u_{mak} 'un, katılımcıların sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapmasının 1,5 katından fazla olmaması gerekmektedir. $u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$ koşulu sağlandığında 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} : $1,5 \times s^*$

$u(x_i)$: katılımcı sonucunun standart belirsizliği

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

s^* : katılımcı sonuçlarından elde edilen sağlam standart sapma

5.4. ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ BİLEŞENLERİNİN TOPLANMASI

Aflatoksinlerin analizi sonucunda tespit edilen AFL B1, AFL B2, AFL G1 ve AFL G2 analitlerine ait toplam sonuç da raporlanmaktadır. Toplam Aflatoksin sonucu analiz sonucunda çıkan aflatoksinlerin miktarlarının toplanması ile elde edilir. Ancak bu ölçüm belirsizliği için geçerli değildir. Toplam aflatoksin ölçüm belirsizliği belirsizliklerin toplanması ile hesaplanmaz. Toplam aflatoksin belirsizliği, analiz neticesinde elde edilen her bir aflatoksin sonucunun (C) belirsizliklerinin (U) hesaplanması ve bu belirsizliklerin kareleri toplamı çıkan sonucun karekökünün alınması yani belirsizliklerin birleştirilmesi ile hesaplanmalıdır [7,8]. (U: k=2 Genişletilmiş belirsizliktir)

$$U(\text{Toplam AFL}) = \sqrt{U(\text{AFL. B1})^2 + U(\text{AFL. B2})^2 + U(\text{AFL. G1})^2 + U(\text{AFL. G2})^2}$$

5.5. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR

TOK013 Kuru İncirde Aflatoksinlerin ve Okratoksin A saptanması yeterlilik testi için bildirilen AFL ve 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.

5.5.1. z-skorları

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları Tablo 4’te, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 5’te verilmektedir. Katılımcıların ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 6 ve Tablo 7’de özetlenmektedir ve Şekil 1, Şekil 2, Şekil 3, Şekil 4, Şekil 5 ve Şekil 6’da histogram ile gösterilmektedir.

Tablo 4. Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi

	AFL B1	AFL B2	AFL G1	AFL G2	Toplam AFL	OTA
Gönderilen Sonuç Sayısı	56	56	56	56	56	37
Geçerli Sonuç Sayısı (x_{pt} hesaplanan)	56	56	56	56	56	36
Sonuç aralığı ($\mu\text{g/kg}$)	5,92 - 11,9	1,94 - 3,66	4,45 - 9,55	1,74 - 3,4	14,6 - 26,97	6,71 - 10,80
Sonuçların ortalaması ($\mu\text{g/kg}$)	9,31	2,96	6,97	2,61	21,79	8,21
Sonuçların ortancası ($\mu\text{g/kg}$)	9,37	3,05	6,98	2,56	22,16	8,15
Atanmış değer (x_{pt}) ($\mu\text{g/kg}$)	9,41	2,99	6,96	2,61	22,00	8,10
Belirsizlik ($u(x_{pt})$)	0,21	0,06	0,17	0,07	0,46	0,19
Sağlam standart sapma (s^*) ($\mu\text{g/kg}$)	1,24	0,34	1,02	0,44	2,78	0,93
YT std.sapma (σ_{pt}) ($\mu\text{g/kg}$)	2,07	0,66	1,53	0,57	4,84	1,78
Sağlam RSD (%)	13	11	15	17	13	11

Tablo 5. $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi

Analit	Toplam z-skor sayısı	$ z \leq 2$ skor sayısı	% $ z \leq 2$
AFL B1	56	56	100
AFL B2	56	56	100
AFL G1	56	56	100
AFL G2	56	56	100
Toplam AFL	56	56	100
OTA	37	37	100

Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (AFL B1, AFL B2, AFL G1)

KOD	Aflatoksin B1			Aflatoksin B2			Aflatoksin G1		
	Atanmış Değer	9,41 µg/kg		Atanmış Değer	2,99 µg/kg		Atanmış Değer	6,96 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
1	7,80	80	-0,8	2,66	99	-0,5	6,55	80	-0,3
2	7,39	92	-1,0	2,08	92	-1,4	6,99	57	0,0
3	10,94	94	0,7	3,27	95	0,4	8,57	93	1,0
4	11,17	91	0,8	3,14	89	0,2	7,91	89	0,6
5	10,20	81	0,4	3,35	83	0,5	7,51	75	0,4
6	10,51	92	0,5	3,39	90	0,6	7,45	88	0,3
7	9,71	82	0,1	3,25	75	0,4	6,98	82	0,0
8	9,27	102	-0,1	3,15	103	0,2	9,55	101	1,7
9	9,60	94	0,1	2,96	101	0,0	9,36	95	1,6
10	9,04	93	-0,2	2,97	91	0,0	6,58	95	-0,2
11	6,06	94	-1,6	2,01	90	-1,5	5,16	100	-1,2
12	10,46	87	0,5	3,47	83	0,7	7,38	84	0,3
13	9,13	94	-0,1	2,65	100	-0,5	6,50	101	-0,3
14	11,10	92	0,8	3,10	103	0,2	8,71	89	1,1
15	11,18	91	0,9	3,17	88	0,3	7,65	88	0,4
16	10,09	90	0,3	3,10	87	0,2	7,13	86	0,1
17	10,39	94	0,5	3,23	88	0,4	7,91	91	0,6
18	8,95	95	-0,2	3,21	108	0,3	7,78	95	0,5
19	9,66	81	0,1	2,84	83	-0,2	6,68	80	-0,2
20	8,76	93	-0,3	3,00	95	0,0	7,70	90	0,5
21	7,34	90	-1,0	2,67	92	-0,5	6,20	87	-0,5
22	8,37	91	-0,5	3,04	92	0,1	6,05	92	-0,6
23	6,05	98	-1,6	1,94	102	-1,6	4,91	87	-1,3
24	8,93	86	-0,2	2,56	84	-0,7	6,48	83	-0,3
25	9,75	92	0,2	3,08	81	0,1	7,18	84	0,1
26	9,86	80	0,2	3,42	80	0,7	5,98	93	-0,6
27	9,45	86	0,0	3,18	87	0,3	6,02	88	-0,6
28	9,26	88	-0,1	3,14	87	0,2	6,96	85	0,0
29	11,56	87	1,0	3,56	87	0,9	8,38	84	0,9
30	9,16	92,12	-0,1	3,04	93,25	0,1	7,20	85,27	0,2
31	10,20	94	0,4	3,06	93	0,1	9,23	92	1,5
32	10,37	82	0,5	3,28	82	0,4	7,23	81	0,2
33	9,01	103	-0,2	2,67	93	-0,5	6,64	94	-0,2
34	9,89	92	0,2	3,04	100	0,1	7,06	100	0,1
35	8,70	101	-0,3	2,87	91	-0,2	6,25	98	-0,5
36	10,23	86	0,4	3,08	94	0,1	7,40	87	0,3
37	8,06	89	-0,7	2,59	101	-0,6	5,33	98	-1,1
38	11,60	99	1,1	3,15	99	0,2	8,60	89	1,1

Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (AFL B1, AFL B2, AFL G1)

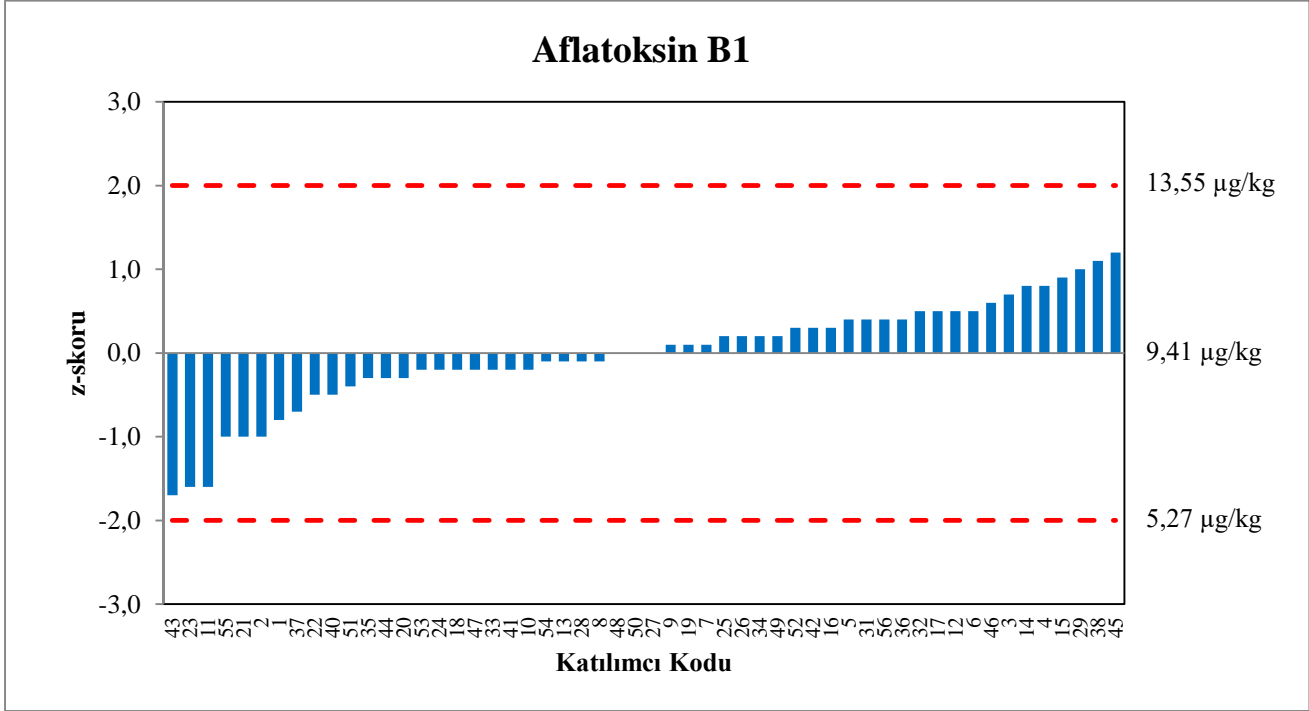
KOD	Aflatoksin B1			Aflatoksin B2			Aflatoksin G1		
	Atanmış Değer	9,41 µg/kg		Atanmış Değer	2,99 µg/kg		Atanmış Değer	6,96 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
39	6,07	94	-1,6	2,26	95	-1,1	4,66	95	-1,5
40	8,43	91	-0,5	2,54	102	-0,7	6,51	95	-0,3
41	9,01	96	-0,2	3,04	97	0,1	7,37	81	0,3
42	10,03	90	0,3	2,99	88	0,0	7,28	87	0,2
43	5,92	98	-1,7	2,02	99	-1,5	4,45	106	-1,6
44	8,74	82,8	-0,3	2,70	83	-0,4	5,30	72	-1,1
45	11,90	81	1,2	3,66	84	1,0	8,23	85	0,8
46	10,60	84	0,6	3,38	79	0,6	6,83	85	-0,1
47	8,97	101	-0,2	3,05	94	0,1	7,19	102	0,1
48	9,34	99	0,0	2,95	95	-0,1	6,97	95	0,0
49	9,91	89	0,2	3,11	88	0,2	7,16	88	0,1
50	9,39	94	0,0	2,48	98	-0,8	6,88	85	-0,1
51	8,48	93,06	-0,4	3,15	92,42	0,2	6,13	89,32	-0,5
52	9,93	90	0,3	3,23	109	0,4	6,87	98	-0,1
53	8,91	104	-0,2	2,70	90	-0,4	6,41	99	-0,4
54	9,12	91	-0,1	3,05	95	0,1	6,35	90	-0,4
55	7,24	91	-1,0	2,67	83	-0,5	5,52	93	-0,9
56	10,21	91	0,4	3,14	94	0,2	6,91	93	0,0

Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (AFL G2, Toplam AFL, OTA)

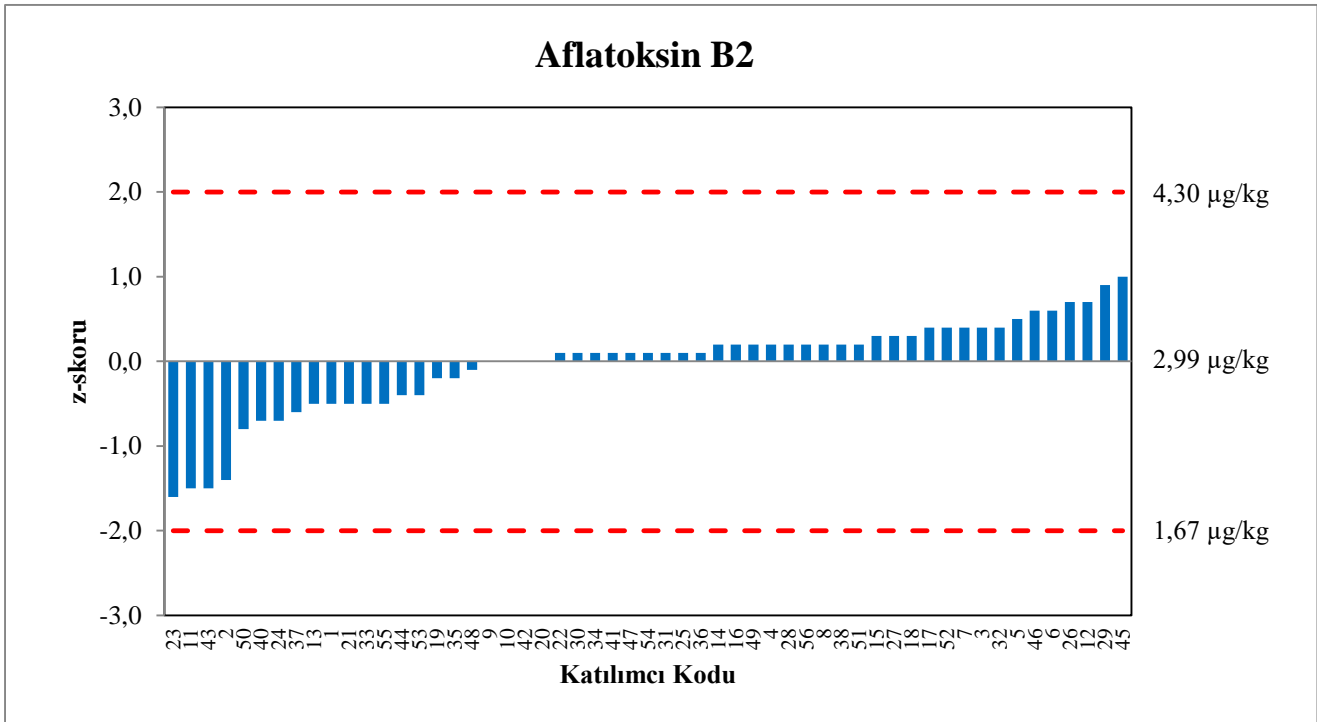
KOD	Aflatoksin G2			Toplam Aflatoksin			Okratoksin A		
	Atanmış Değer	2,61 µg/kg		Atanmış Değer	22 µg/kg		Atanmış Değer	8,10 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
1	2,55	92	-0,1	19,56		-0,5	8,12	89	0,0
2	3,28	71	1,2	19,74	78	-0,5	10,75	100	1,5
3	3,29	94	1,2	26,06	95	0,8	8,21	94	0,1
4	2,40	83	-0,4	24,62	88	0,5	6,78	91	-0,7
5	3,40	83	1,4	24,45		0,5	8,71	78	0,3
6	2,83	90	0,4	24,18	90	0,4	7,78	89	-0,2
7	2,33	79	-0,5	22,27		0,1			
8	2,97	96	0,6	24,94		0,6	6,71	99	-0,8
9	2,79	98	0,3	24,71		0,6	6,81	99	-0,7
10	2,03	99	-1,0	20,40	94	-0,3			
11	1,90	94	-1,2	15,13		-1,4			
12	2,89	87	0,5	24,20	85	0,5			
13	2,18	100	-0,8	20,21	99	-0,4	8,17	88	0,0
14	3,10	89	0,9	25,94		0,8	7,51	89	-0,3
15	2,57	80	-0,1	24,57		0,5			
16	2,82	79	0,4	23,14		0,2			
17	3,02	77	0,7	24,55	87	0,5			
18	2,61	96	0,0	22,56		0,1	10,80	95	1,5
19	2,51	82	-0,2	21,69	81	-0,1	10,09	92	1,1
20	2,88	91	0,5	22,34		0,1			
21	2,47	90	-0,2	18,59	90	-0,7	9,16	89	0,6
22	2,48	92	-0,2	19,94		-0,4	7,92	91	-0,1
23	1,74	90	-1,5	14,65	94	-1,5	7,42	96	-0,4
24	2,17	67	-0,8	20,14		-0,4	7,14	83	-0,5
25	2,23	76	-0,7	22,24		0,0			
26	2,48	94	-0,2	21,74	87	-0,1			
27	2,51	85	-0,2	21,16	86	-0,2	7,29	86	-0,5
28	2,72	85	0,2	22,07		0,0			
29	2,93	85	0,6	26,37	86	0,9	8,50	101	0,2
30	2,88	88,88	0,5	22,28		0,1	7,83	92	-0,2
31	3,34	92	1,3	25,83		0,8	8,30	94	0,1
32	2,69	81	0,1	23,56		0,3	8,33	95	0,1
33	2,02	92	-1,0	20,34	95	-0,3	7,77	101	-0,2
34	2,64	92	0,0	22,63		0,1	7,00	97	-0,6
35	2,52	102	-0,2	20,34		-0,3	8,62	91	0,3
36	2,83	80	0,4	23,53	87	0,3			
37	2,53	83	-0,1	18,51	93	-0,7			
38	3,10	92	0,9	26,45		0,9	7,40	92	-0,4

Tablo 7. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları (AFL G2, Toplam AFL, OTA)

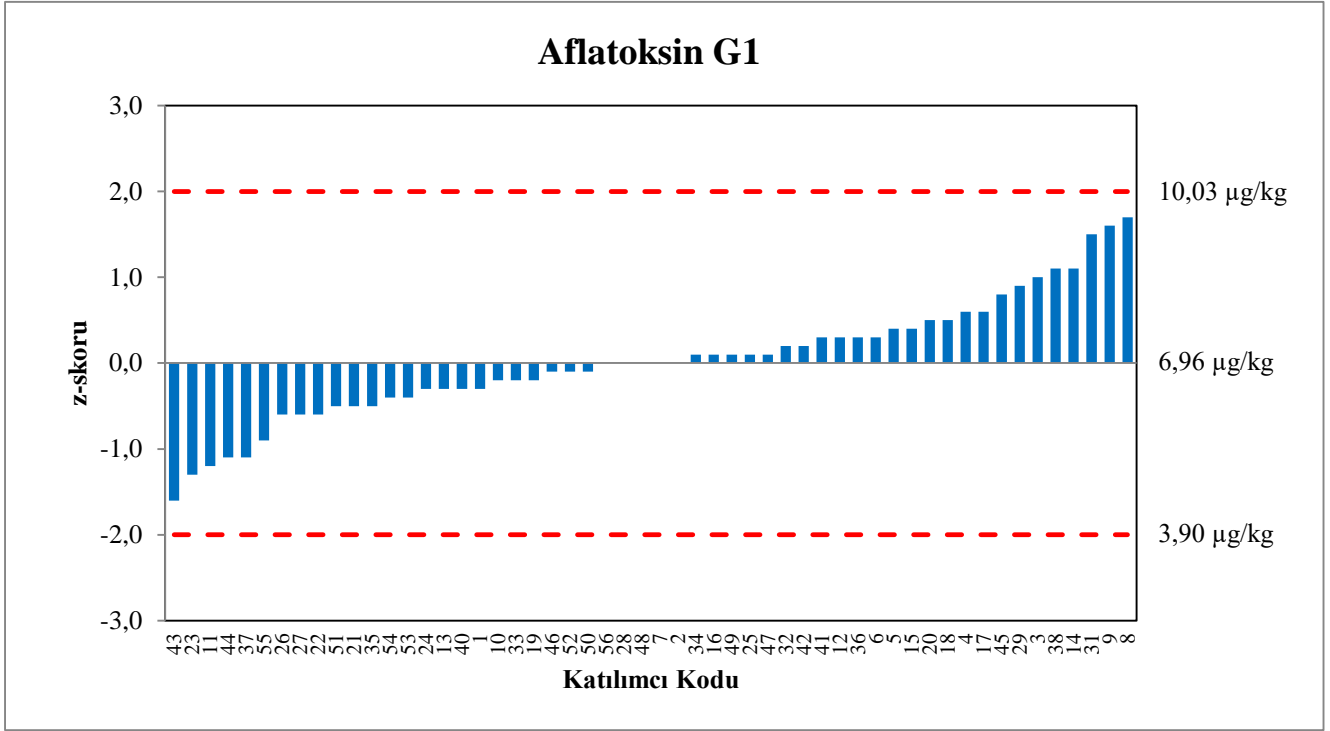
KOD	Aflatoksin G2			Toplam Aflatoksin			Okrotoksin A		
	Atanmış Değer	2,61 µg/kg		Atanmış Değer	22 µg/kg		Atanmış Değer	8,10 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru
39	1,74	96	-1,5	14,73		-1,5	10,46	98	1,3
40	2,85	97	0,4	20,33		-0,3	8,28	108	0,1
41	2,95	85	0,6	21,48		-0,1	8,56	100	0,3
42	2,55	92	-0,1	22,85		0,2			
43	2,21	105	-0,7	14,60		-1,5	9,32	98	0,7
44	2,21	75	-0,7	18,94		-0,6	8,96	97	0,5
45	3,18	84	1,0	26,97	84	1,0	8,25	96	0,1
46	2,94	61	0,6	23,76	77	0,4			
47	2,49	110	-0,2	21,65	102	-0,1			
48	2,53	90	-0,1	21,79		0,0			
49	3,35	71	1,3	23,53	84	0,3			
50	2,09	89	-0,9	20,85	91	-0,2	6,96		-0,6
51	1,99	84,14	-1,1	18,96		-0,6	7,59	91,67	-0,3
52	2,91	103	0,5	22,94		0,2	7,77	94	-0,2
53	2,48	81	-0,2	20,51		-0,3	7,48	86	-0,3
54	2,44	91	-0,3	20,96		-0,2	7,26	98	-0,5
55	1,76	94	-1,5	17,14	91	-1,0			
56	2,59	94	0,0	22,85		0,2	8,66	91	0,3



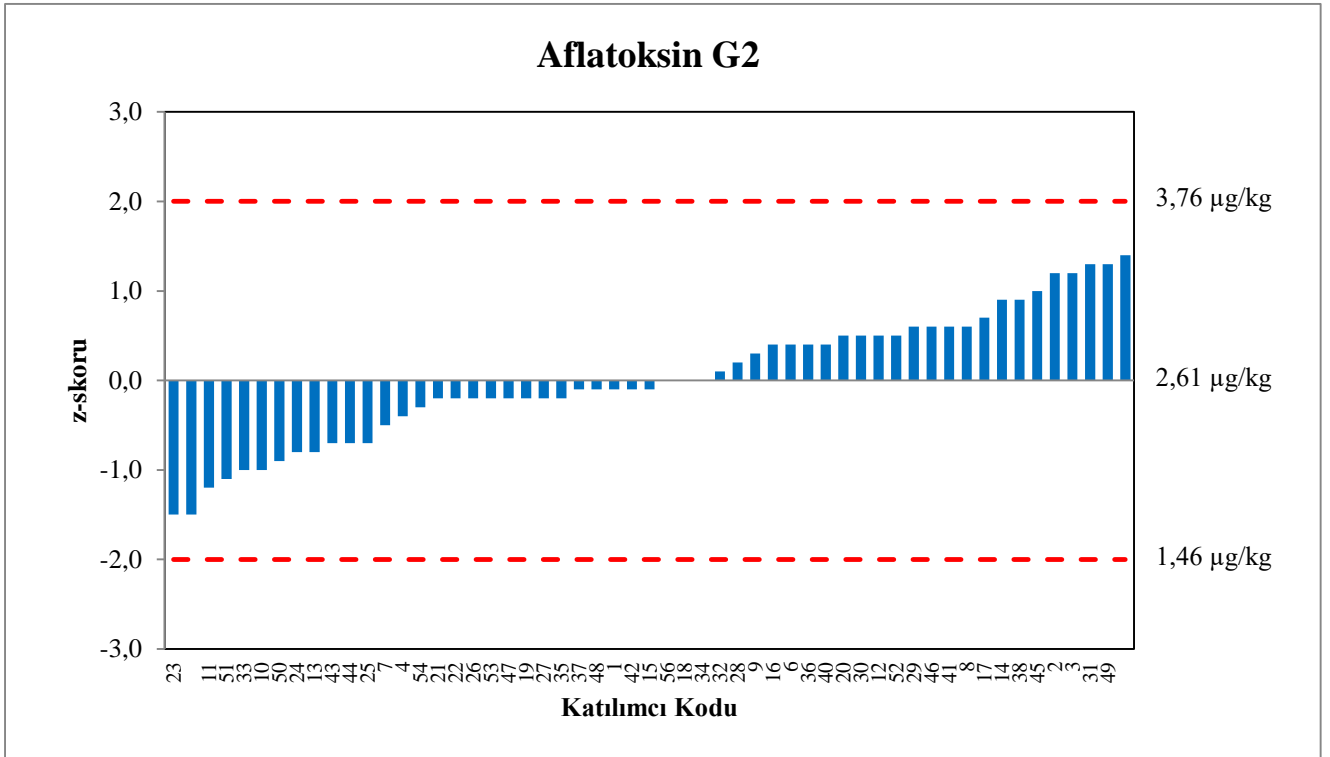
Şekil 1. Aflatoxin B1 z-skorları histogramı



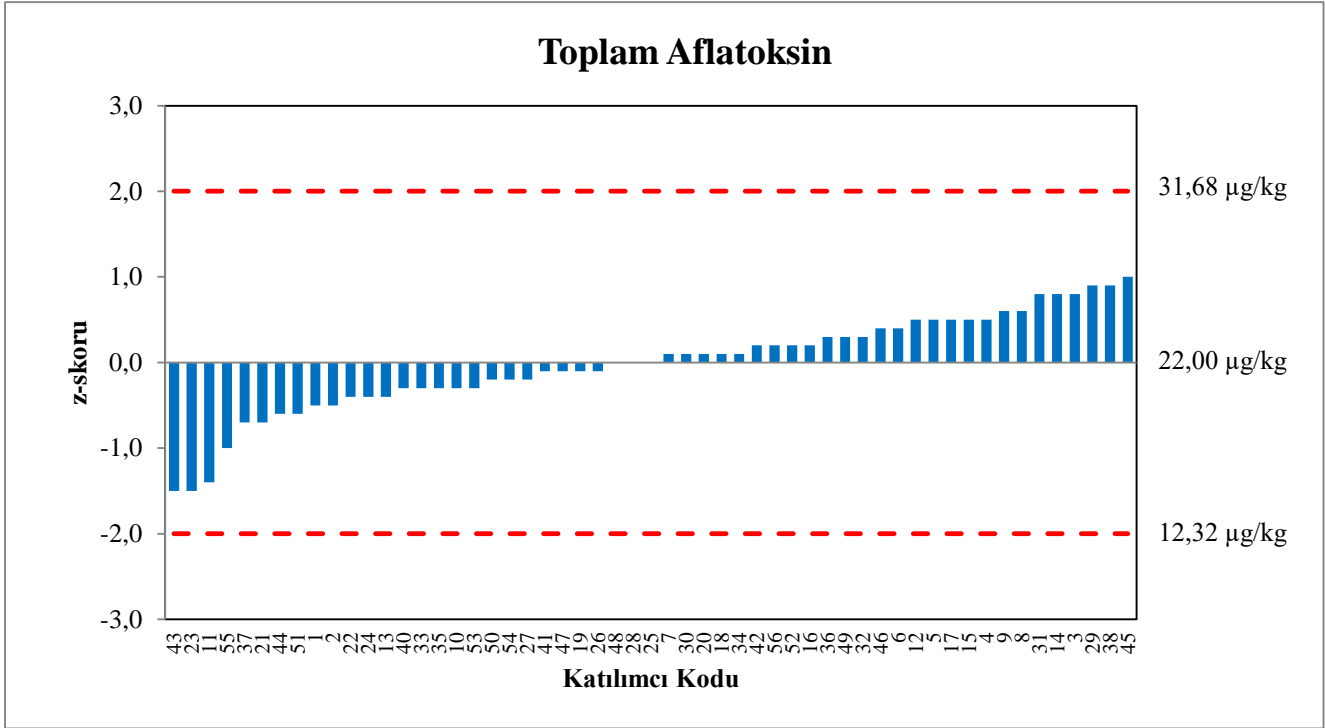
Şekil 2. Aflatoxin B2 z-skorları histogramı



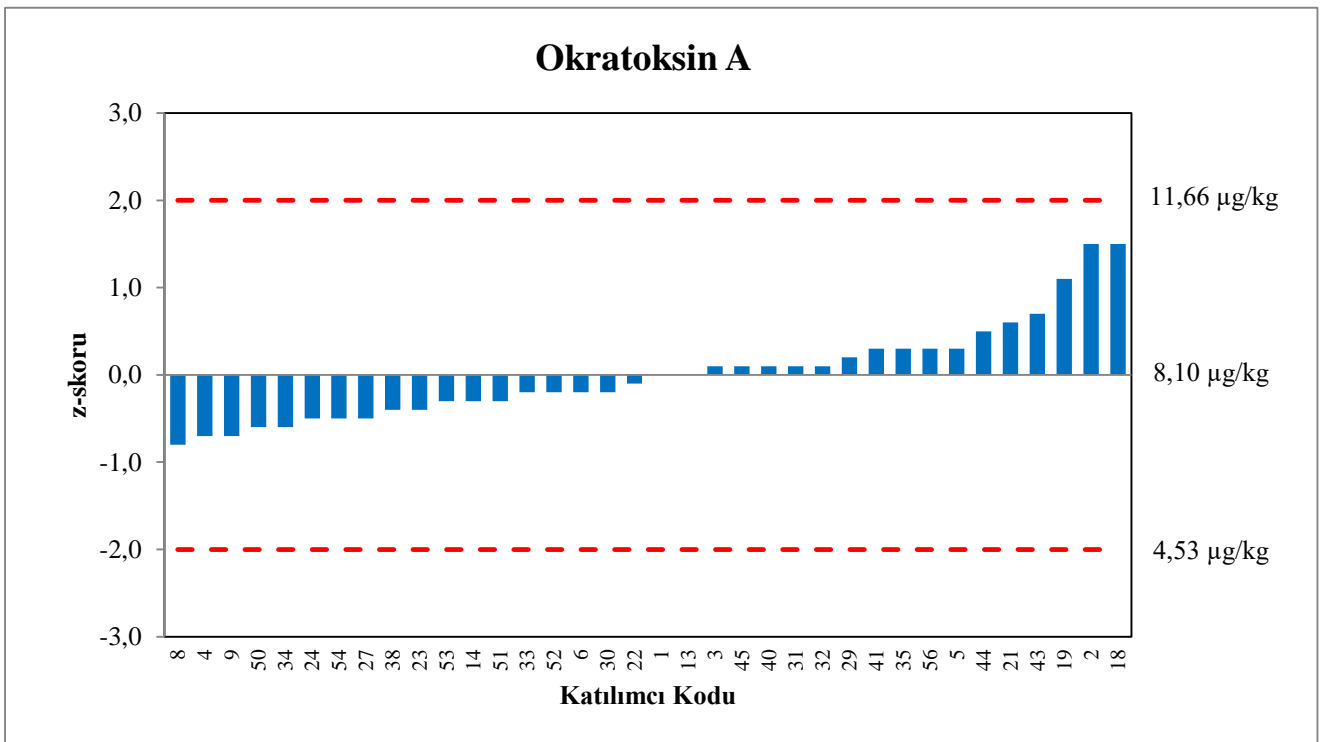
Şekil 3. Aflatoxin G1 z-skorları histogramı



Şekil 4. Aflatoxin G2 z-skorları histogramı



Şekil 5. Toplam Aflatoksin z-skorları histogramı



Şekil 6. Okrotoksin A z-skorları histogramı

5.5.2. zeta-skorları

TOK013 Kuru İncirde Aflatoksinlerin ve 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. AFL ve OTA'ya ait ölçüm belirsizliği sonuçları, hesaplanan z-skorları ve zeta-skorları, hesaplanan belirsizlik oranları, standart ölçüm belirsizlikleri, u_{min} ve u_{mak} değerleri ile birlikte uygun olmayan sonuçların değerlendirilmesi Aflatoksin B1 için Tablo 8'de, Aflatoksin B2 için Tablo 9'da, Aflatoksin G1 için Tablo 10'da, Aflatoksin G2 için Tablo 11'de, Okratoksin A için Tablo 12'de verilmektedir.

Tablo 8. Aflatoksin B1 zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN B1 (Atanmış değer = 9,41 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. $u(x_i)$	z skor	zeta skor	$u(x_i) < u_{min}$ ($u_{min} = 0,208$)	$u(x_i) > u_{max}$ ($u_{max} = 1,864$)	Değerlendirme
1	7,80	1,24	15,9	0,62	-0,8	-2,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
2	7,39	1,18	16,0	0,59	-1,0	-3,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
3	10,94	1,53	14,0	0,77	0,7	1,9	HAYIR	HAYIR	
4	11,17	1,34	12,0	0,67	0,8	2,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
5	10,20	2,43	23,8	1,22	0,4	0,6	HAYIR	HAYIR	
6	10,51	0,18	1,7	0,09	0,5	4,9	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
7	9,71	2,04	21,0	1,02	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
8	9,27	1,22	13,2	0,61	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
9	9,60	1,02	10,6	0,51	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
10	9,04	0,04	0,4	0,02	-0,2	-1,8	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
11	6,06	0,25	4,1	0,13	-1,6	-13,8	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
12	10,46	3,76	35,9	1,88	0,5	0,6	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
13	9,13	1,00	11,0	0,50	-0,1	-0,5	HAYIR	HAYIR	

Tablo 8. Aflatoksin B1 zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN B1 (Atanmış değer = 9,41 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(x _i)	z skor	zeta skor	u(x _i) < u _{min} (u _{min} = 0,208)	u(x _i) > u _{max} (u _{max} = 1,864)	Değerlendirme
14	11,10	3,11	28,0	1,56	0,8	1,1	HAYIR	HAYIR	
15	11,18	2,68	24,0	1,34	0,9	1,3	HAYIR	HAYIR	
16	10,09	1,21	12,0	0,61	0,3	1,1	HAYIR	HAYIR	
17	10,39	0,12	1,2	0,06	0,5	4,5	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
18	8,95	1,61	18,0	0,81	-0,2	-0,6	HAYIR	HAYIR	
19	9,66	1,82	18,8	0,91	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
20	8,76	1,75	20,0	0,88	-0,3	-0,7	HAYIR	HAYIR	
21	7,34	0,66	9,0	0,33	-1,0	-5,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
22	8,37	1,83	21,9	0,92	-0,5	-1,1	HAYIR	HAYIR	
23	6,05	0,98	16,2	0,49	-1,6	-6,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
24	8,93	1,16	13,0	0,58	-0,2	-0,8	HAYIR	HAYIR	
25	9,75	2,05	21,0	1,03	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
26	9,86	4,63	47,0	2,32	0,2	0,2	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
27	9,45	2,14	22,6	1,07	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
28	9,26	2,88	31,1	1,44	-0,1	-0,1	HAYIR	HAYIR	
29	11,56	2,19	18,9	1,10	1,0	1,9	HAYIR	HAYIR	
30	9,16	1,43	15,6	0,72	-0,1	-0,3	HAYIR	HAYIR	
31	10,20	1,22	12,0	0,61	0,4	1,2	HAYIR	HAYIR	
32	10,37	1,97	19,0	0,99	0,5	1,0	HAYIR	HAYIR	
33	9,01	0,16	1,8	0,08	-0,2	-1,8	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
34	9,89	0,58	5,9	0,29	0,2	1,3	HAYIR	HAYIR	
35	8,70	1,93	22,2	0,97	-0,3	-0,7	HAYIR	HAYIR	
36	10,23	2,35	23,0	1,18	0,4	0,7	HAYIR	HAYIR	
37	8,06	2,50	31,0	1,25	-0,7	-1,1	HAYIR	HAYIR	
38	11,60	2,20	19,0	1,10	1,1	2,0	HAYIR	HAYIR	
39	6,07	1,76	29,0	0,88	-1,6	-3,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
40	8,43	1,52	18,0	0,76	-0,5	-1,2	HAYIR	HAYIR	

Tablo 8. Aflatoksin B1 zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN B1 (Atanmış değer = 9,41 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(x _i)	z skor	zeta skor	u(x _i) < u _{min} (u _{min} = 0,208)	u(x _i) > u _{max} (u _{max} = 1,864)	Değerlendirme
41	9,01	0,42	4,7	0,21	-0,2	-1,4	HAYIR	HAYIR	
42	10,03	2,21	22,0	1,11	0,3	0,6	HAYIR	HAYIR	
43	5,92	2,25	38,0	1,13	-1,7	-3,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
44	8,74	1,22	14,0	0,61	-0,3	-1,0	HAYIR	HAYIR	
45	11,90	2,74	23,0	1,37	1,2	1,8	HAYIR	HAYIR	
46	10,60	0,84	7,9	0,42	0,6	2,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
47	8,97	1,10	12,3	0,55	-0,2	-0,7	HAYIR	HAYIR	
48	9,34	1,12	12,0	0,56	0,0	-0,1	HAYIR	HAYIR	
49	9,91	0,52	5,2	0,26	0,2	1,5	HAYIR	HAYIR	
50	9,39	2,07	22,0	1,04	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
51	8,48	2,02	23,8	1,01	-0,4	-0,9	HAYIR	HAYIR	
52	9,93	0,28	2,8	0,14	0,3	2,1	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
53	8,91	1,43	16,0	0,72	-0,2	-0,7	HAYIR	HAYIR	
54	9,12	3,08	33,8	1,54	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
55	7,24	0,09	1,2	0,05	-1,0	-10,2	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
56	10,21	1,43	14,0	0,72	0,4	1,1	HAYIR	HAYIR	

Tablo 9. Aflatoksin B2 zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN B2 (Atanmış değer = 2,99 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(xi)	z skor	zeta skor	u(xi) < u _{min} (u _{min} = 0,056)	u(xi) > u _{max} (u _{max} = 0,503)	Değerlendirme
1	2,66	0,29	10,9	0,15	-0,5	-2,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
2	2,08	0,48	23,1	0,24	-1,4	-3,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
3	3,27	0,36	11,0	0,18	0,4	1,5	HAYIR	HAYIR	
4	3,14	0,47	15,0	0,24	0,2	0,6	HAYIR	HAYIR	
5	3,35	0,64	19,1	0,32	0,5	1,1	HAYIR	HAYIR	
6	3,39	0,17	5,0	0,09	0,6	3,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
7	3,25	0,75	23,1	0,38	0,4	0,7	HAYIR	HAYIR	
8	3,15	0,34	10,8	0,17	0,2	0,9	HAYIR	HAYIR	
9	2,96	0,27	9,1	0,14	0,0	-0,2	HAYIR	HAYIR	
10	2,97	0,05	1,7	0,03	0,0	-0,3	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
11	2,01	0,31	15,4	0,16	-1,5	-5,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
12	3,47	1,35	38,9	0,68	0,7	0,7	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
13	2,65	0,29	10,9	0,15	-0,5	-2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
14	3,10	0,71	22,9	0,36	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
15	3,17	0,32	10,1	0,16	0,3	1,1	HAYIR	HAYIR	
16	3,10	0,37	11,9	0,19	0,2	0,6	HAYIR	HAYIR	
17	3,23	0,23	7,1	0,12	0,4	1,9	HAYIR	HAYIR	
18	3,21	0,51	15,9	0,26	0,3	0,8	HAYIR	HAYIR	
19	2,84	0,64	22,5	0,32	-0,2	-0,5	HAYIR	HAYIR	
20	3,00	0,54	18,0	0,27	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	

Tablo 9. Aflatoksin B2 zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN B2 (Atanmış değer = 2,99 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(xi)	z skor	zeta skor	u(xi) < u _{min} (u _{min} = 0,056)	u(xi) > u _{max} (u _{max} = 0,503)	Değerlendirme
21	2,67	0,19	7,1	0,10	-0,5	-2,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
22	3,04	0,72	23,7	0,36	0,1	0,1	HAYIR	HAYIR	
23	1,94	0,25	12,9	0,13	-1,6	-7,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
24	2,56	0,34	13,3	0,17	-0,7	-2,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
25	3,08	0,56	18,2	0,28	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
26	3,42	1,29	37,7	0,65	0,7	0,7	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
27	3,18	0,77	24,2	0,39	0,3	0,5	HAYIR	HAYIR	
28	3,14	0,90	28,7	0,45	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
29	3,56	0,63	17,7	0,32	0,9	1,8	HAYIR	HAYIR	
30	3,04	0,46	15,1	0,23	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
31	3,06	0,43	14,1	0,22	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
32	3,28	0,50	15,2	0,25	0,4	1,1	HAYIR	HAYIR	
33	2,67	0,15	5,6	0,08	-0,5	-3,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
34	3,04	0,17	5,6	0,09	0,1	0,5	HAYIR	HAYIR	
35	2,87	0,85	29,6	0,43	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
36	3,08	0,55	17,9	0,28	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
37	2,59	0,80	30,9	0,40	-0,6	-1,0	HAYIR	HAYIR	
38	3,15	0,50	15,9	0,25	0,2	0,6	HAYIR	HAYIR	
39	2,26	0,56	24,8	0,28	-1,1	-2,6	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
40	2,54	0,55	21,7	0,28	-0,7	-1,6	HAYIR	HAYIR	
41	3,04	0,19	6,3	0,10	0,1	0,5	HAYIR	HAYIR	
42	2,99	0,30	10,0	0,15	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	

Tablo 9. Aflatoksin B2 zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN B2 (Atanmış değer = 2,99 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(xi)	z skor	zeta skor	u(xi) < u _{min} (u _{min} = 0,056)	u(xi) > u _{max} (u _{max} = 0,503)	Değerlendirme
43	2,02	0,76	37,6	0,38	-1,5	-2,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapsmasının fazla olduğunu göstermektedir.
44	2,70	0,28	10,4	0,14	-0,4	-1,9	HAYIR	HAYIR	
45	3,66	1,13	30,9	0,57	1,0	1,2	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
46	3,38	0,48	14,2	0,24	0,6	1,6	HAYIR	HAYIR	
47	3,05	0,59	19,3	0,30	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
48	2,95	0,35	11,9	0,18	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
49	3,11	0,16	5,1	0,08	0,2	1,2	HAYIR	HAYIR	
50	2,48	0,55	22,2	0,28	-0,8	-1,8	HAYIR	HAYIR	
51	3,15	0,60	19,0	0,30	0,2	0,5	HAYIR	HAYIR	
52	3,23	0,32	9,9	0,16	0,4	1,4	HAYIR	HAYIR	
53	2,70	0,54	20,0	0,27	-0,4	-1,0	HAYIR	HAYIR	
54	3,05	1,07	35,1	0,54	0,1	0,1	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
55	2,67	0,04	1,5	0,02	-0,5	-5,4	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
56	3,14	0,25	8,0	0,13	0,2	1,1	HAYIR	HAYIR	

Tablo 10. Aflatoksin G1 zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği deęerlendirmeleri

AFLATOKSİN G1 (Atanmış deęer = 6,96 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(xi)	z skor	zeta skor	u(xi) < u _{min} (u _{min} = 0,170)	u(xi) > u _{max} (u _{max} = 1,524)	Deęerlendirme
1	6,55	2,87	43,8	1,44	-0,3	-0,3	HAYIR	HAYIR	
2	6,99	1,26	18,0	0,63	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
3	8,57	1,23	14,4	0,62	1,0	2,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiđi belirsizliğe göre sonucun atanmış deęerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
4	7,91	1,27	16,1	0,64	0,6	1,4	HAYIR	HAYIR	
5	7,51	1,66	22,1	0,83	0,4	0,6	HAYIR	HAYIR	
6	7,45	0,27	3,6	0,14	0,3	2,2	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiđi belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
7	6,98	1,61	23,1	0,81	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
8	9,55	1,24	13,0	0,62	1,7	4,0	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiđi belirsizliğe göre sonucun atanmış deęerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
9	9,36	1,25	13,4	0,63	1,6	3,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiđi belirsizliğe göre sonucun atanmış deęerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
10	6,58	0,07	1,1	0,04	-0,2	-2,2	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiđi belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
11	5,16	0,19	3,7	0,10	-1,2	-9,3	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiđi belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
12	7,38	2,44	33,1	1,22	0,3	0,3	HAYIR	HAYIR	
13	6,50	0,71	10,9	0,36	-0,3	-1,2	HAYIR	HAYIR	
14	8,71	2,79	32,0	1,40	1,1	1,2	HAYIR	HAYIR	
15	7,65	2,53	33,1	1,27	0,4	0,5	HAYIR	HAYIR	
16	7,13	1,07	15,0	0,54	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
17	7,91	0,12	1,5	0,06	0,6	5,3	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiđi belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
18	7,78	1,40	18,0	0,70	0,5	1,1	HAYIR	HAYIR	
19	6,68	1,28	19,2	0,64	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	
20	7,70	1,23	16,0	0,62	0,5	1,2	HAYIR	HAYIR	
21	6,20	0,62	10,0	0,31	-0,5	-2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiđi belirsizliğe göre sonucun atanmış deęerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
22	6,05	1,42	23,5	0,71	-0,6	-1,2	HAYIR	HAYIR	

Tablo 10. Aflatoksin G1 zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN G1 (Atanmış değer = 6,96 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(xi)	z skor	zeta skor	u(xi) < u _{min} (u _{min} = 0,170)	u(xi) > u _{max} (u _{max} = 1,524)	Değerlendirme
23	4,91	1,16	23,6	0,58	-1,3	-3,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
24	6,48	0,71	11,0	0,36	-0,3	-1,2	HAYIR	HAYIR	
25	7,18	1,51	21,0	0,76	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
26	5,98	2,27	38,0	1,14	-0,6	-0,9	HAYIR	HAYIR	
27	6,02	1,63	27,1	0,82	-0,6	-1,1	HAYIR	HAYIR	
28	6,96	2,04	29,3	1,02	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
29	8,38	1,56	18,6	0,78	0,9	1,8	HAYIR	HAYIR	
30	7,2	1,64	22,8	0,82	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
31	9,23	1,29	14,0	0,65	1,5	3,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
32	7,23	1,41	19,5	0,71	0,2	0,4	HAYIR	HAYIR	
33	6,64	0,12	1,8	0,06	-0,2	-1,8	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
34	7,06	0,27	3,8	0,14	0,1	0,5	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
35	6,25	1,88	30,1	0,94	-0,5	-0,7	HAYIR	HAYIR	
36	7,40	1,48	20,0	0,74	0,3	0,6	HAYIR	HAYIR	
37	5,33	1,44	27,0	0,72	-1,1	-2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
38	8,60	1,29	15,0	0,65	1,1	2,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
39	4,66	1,37	29,4	0,69	-1,5	-3,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
40	6,51	2,30	35,3	1,15	-0,3	-0,4	HAYIR	HAYIR	
41	7,37	0,88	11,9	0,44	0,3	0,9	HAYIR	HAYIR	
42	7,28	0,73	10,0	0,37	0,2	0,8	HAYIR	HAYIR	
43	4,45	1,78	40,0	0,89	-1,6	-2,8	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.

Tablo 10. Aflatoksin G1 zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN G1 (Atanmış değer = 6,96 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(xi)	z skor	zeta skor	u(xi) < u _{min} (u _{min} = 0,170)	u(xi) > u _{max} (u _{max} = 1,524)	Değerlendirme
44	5,30	0,80	15,1	0,40	-1,1	-3,8	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
45	8,23	2,22	27,0	1,11	0,8	1,1	HAYIR	HAYIR	
46	6,83	0,70	10,2	0,35	-0,1	-0,3	HAYIR	HAYIR	
47	7,19	1,06	14,7	0,53	0,1	0,4	HAYIR	HAYIR	
48	6,97	0,84	12,1	0,42	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
49	7,16	0,39	5,4	0,20	0,1	0,8	HAYIR	HAYIR	
50	6,88	1,58	23,0	0,79	-0,1	-0,1	HAYIR	HAYIR	
51	6,13	1,94	31,6	0,97	-0,5	-0,8	HAYIR	HAYIR	
52	6,87	0,29	4,2	0,15	-0,1	-0,4	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
53	6,41	1,03	16,1	0,52	-0,4	-1,0	HAYIR	HAYIR	
54	6,35	2,38	37,5	1,19	-0,4	-0,5	HAYIR	HAYIR	
55	5,52	0,09	1,6	0,05	-0,9	-8,2	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
56	6,91	0,83	12,0	0,42	0,0	-0,1	HAYIR	HAYIR	

Tablo 11. Aflatoksin G2 zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN G2 (Atanmış değer = 2,61 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(xi)	z skor	zeta skor	u(xi) < u _{min} (u _{min} = 0,074)	u(xi) > u _{max} (u _{max} = 0,662)	Değerlendirme
1	2,55	0,37	14,5	0,19	-0,1	-0,3	HAYIR	HAYIR	
2	3,28	0,62	18,9	0,31	1,2	2,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
3	3,29	0,60	18,2	0,30	1,2	2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
4	2,40	0,46	19,2	0,23	-0,4	-0,9	HAYIR	HAYIR	
5	3,40	0,81	23,8	0,41	1,4	1,9	HAYIR	HAYIR	
6	2,83	0,23	8,1	0,12	0,4	1,6	HAYIR	HAYIR	
7	2,33	0,49	21,0	0,25	-0,5	-1,1	HAYIR	HAYIR	
8	2,97	0,46	15,5	0,23	0,6	1,5	HAYIR	HAYIR	
9	2,79	0,36	12,9	0,18	0,3	0,9	HAYIR	HAYIR	
10	2,03	0,04	2,0	0,02	-1,0	-7,6	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
11	1,90	0,19	10,0	0,10	-1,2	-5,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
12	2,89	0,81	28,0	0,41	0,5	0,7	HAYIR	HAYIR	
13	2,18	0,24	11,0	0,12	-0,8	-3,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
14	3,10	0,74	23,9	0,37	0,9	1,3	HAYIR	HAYIR	
15	2,57	0,26	10,1	0,13	-0,1	-0,3	HAYIR	HAYIR	
16	2,82	0,42	14,9	0,21	0,4	0,9	HAYIR	HAYIR	
17	3,02	0,32	10,6	0,16	0,7	2,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
18	2,61	0,60	23,0	0,30	0,0	0,0	HAYIR	HAYIR	
19	2,51	0,58	23,1	0,29	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
20	2,88	0,40	13,9	0,20	0,5	1,3	HAYIR	HAYIR	
21	2,47	0,25	10,1	0,13	-0,2	-1,0	HAYIR	HAYIR	
22	2,48	0,58	23,4	0,29	-0,2	-0,4	HAYIR	HAYIR	

Tablo 11. Aflatoksin G2 zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerdendirmeleri

AFLATOKSİN G2 (Atanmış değeri = 2,61 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(xi)	z skor	zeta skor	u(xi) < u _{min} (u _{min} = 0,074)	u(xi) > u _{max} (u _{max} = 0,662)	Değerdendirme
23	1,74	0,37	21,3	0,19	-1,5	-4,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerdenden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
24	2,17	0,58	26,7	0,29	-0,8	-1,5	HAYIR	HAYIR	
25	2,23	0,51	22,9	0,26	-0,7	-1,4	HAYIR	HAYIR	
26	2,48	1,09	44,0	0,55	-0,2	-0,2	HAYIR	HAYIR	
27	2,51	0,72	28,7	0,36	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
28	2,72	0,79	29,0	0,40	0,2	0,3	HAYIR	HAYIR	
29	2,93	0,55	18,8	0,28	0,6	1,1	HAYIR	HAYIR	
30	2,88	0,67	23,3	0,34	0,5	0,8	HAYIR	HAYIR	
31	3,34	0,60	18,0	0,30	1,3	2,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerdenden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
32	2,69	0,49	18,2	0,25	0,1	0,3	HAYIR	HAYIR	
33	2,02	0,18	8,9	0,09	-1,0	-5,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerdenden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
34	2,64	0,11	4,2	0,06	0,0	0,3	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
35	2,52	0,68	27,0	0,34	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
36	2,83	0,48	17,0	0,24	0,4	0,9	HAYIR	HAYIR	
37	2,53	0,73	28,9	0,37	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
38	3,10	0,40	12,9	0,20	0,9	2,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerdenden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
39	1,74	0,48	27,6	0,24	-1,5	-3,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerdenden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
40	2,85	0,70	24,6	0,35	0,4	0,7	HAYIR	HAYIR	
41	2,95	0,29	9,8	0,15	0,6	2,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerdenden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
42	2,55	0,26	10,2	0,13	-0,1	-0,4	HAYIR	HAYIR	

Tablo 11. Aflatoksin G2 zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

AFLATOKSİN G2 (Atanmış değer = 2,61 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(xi)	z skor	zeta skor	u(xi) < u _{min} (u _{min} = 0,074)	u(xi) > u _{max} (u _{max} = 0,662)	Değerlendirme
43	2,21	0,80	36,2	0,40	-0,7	-1,0	HAYIR	HAYIR	
44	2,21	0,29	13,1	0,15	-0,7	-2,5	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
45	3,18	0,73	23,0	0,37	1,0	1,5	HAYIR	HAYIR	
46	2,94	0,26	8,8	0,13	0,6	2,2	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
47	2,49	0,74	29,7	0,37	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
48	2,53	0,30	11,9	0,15	-0,1	-0,5	HAYIR	HAYIR	
49	3,35	0,19	5,7	0,10	1,3	6,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
50	2,09	0,47	22,5	0,24	-0,9	-2,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
51	1,99	0,68	34,2	0,34	-1,1	-1,8	HAYIR	HAYIR	
52	2,91	0,30	10,3	0,15	0,5	1,8	HAYIR	HAYIR	
53	2,48	0,55	22,2	0,28	-0,2	-0,5	HAYIR	HAYIR	
54	2,44	1,19	48,8	0,60	-0,3	-0,3	HAYIR	HAYIR	
55	1,76	0,02	1,1	0,01	-1,5	-11,4	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
56	2,59	0,23	8,9	0,12	0,0	-0,2	HAYIR	HAYIR	

Tablo 12. Okratoksin A zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

OKRATOKSİN A (Atanmış değer = 8,10 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(x _i)	z skor	zeta skor	u(x _i) < u _{min} (u _{min} = 0,194)	u(x _i) > u _{max} (u _{max} = 1,394)	Değerlendirme
1	8,12	0,35	4,31	0,18	0,0	0,1	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
2	10,75	1,94	18,05	0,97	1,5	2,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
3	8,21	1,50	18,27	0,75	0,1	0,1	HAYIR	HAYIR	
4	6,78	0,81	11,95	0,41	-0,7	-2,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
5	8,71	2,04	23,42	1,02	0,3	0,6	HAYIR	HAYIR	
6	7,78	0,23	2,96	0,12	-0,2	-1,4	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
7									
8	6,71	0,98	14,61	0,49	-0,8	-2,6	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
9	6,81	0,66	9,69	0,33	-0,7	-3,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
10									
11									
12									
13	8,17	1,63	19,95	0,82	0,0	0,1	HAYIR	HAYIR	
14	7,51	1,65	21,97	0,83	-0,3	-0,7	HAYIR	HAYIR	
15									
16									
17									
18	10,80	1,94	17,96	0,97	1,5	2,7	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.

Tablo 12. Okratoksin A zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği deęerlendirmeleri

OKRATOKSİN A (Atanmış deęer = 8,10 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(x _i)	z skor	zeta skor	u(x _i) < u _{min} (u _{min} = 0,194)	u(x _i) > u _{max} (u _{max} = 1,394)	Deęerlendirme
19	10,09	1,64	16,25	0,82	1,1	2,4	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralıęında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımının bildirdięi belirsizliğe göre sonucun atanmış deęerden sapmasının fazla olduęunu göstermektedir.
20									
21	9,16	0,92	10,04	0,46	0,6	2,1	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralıęında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımının bildirdięi belirsizliğe göre sonucun atanmış deęerden sapmasının fazla olduęunu göstermektedir.
22	7,92	1,66	20,96	0,83	-0,1	-0,2	HAYIR	HAYIR	
23	7,42	1,05	14,15	0,53	-0,4	-1,2	HAYIR	HAYIR	
24	7,14	0,93	13,03	0,47	-0,5	-1,9	HAYIR	HAYIR	
25									
26									
27	7,29	1,61	22,09	0,81	-0,5	-1,0	HAYIR	HAYIR	
28									
29	8,50	0,47	5,53	0,24	0,2	1,3	HAYIR	HAYIR	
30	7,83	1,63	20,82	0,82	-0,2	-0,3	HAYIR	HAYIR	
31	8,30	1,00	12,05	0,50	0,1	0,4	HAYIR	HAYIR	
32	8,33	1,25	15,01	0,63	0,1	0,4	HAYIR	HAYIR	
33	7,77	0,13	1,67	0,07	-0,2	-1,6	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdięi belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
34	7,00	0,54	7,71	0,27	-0,6	-3,3	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralıęında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımının bildirdięi belirsizliğe göre sonucun atanmış deęerden sapmasının fazla olduęunu göstermektedir.
35	8,62	2,55	29,58	1,28	0,3	0,4	HAYIR	HAYIR	
36									
37									
38	7,40	1,62	21,89	0,81	-0,4	-0,8	HAYIR	HAYIR	
39	10,46	2,45	23,42	1,23	1,3	1,9	HAYIR	HAYIR	Raporlanan sonuç uygun z-skorum aralıęında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skorum katılımının bildirdięi belirsizliğe göre sonucun atanmış deęerden sapmasının fazla olduęunu göstermektedir.
40	8,28	1,67	20,17	0,84	0,1	0,2	HAYIR	HAYIR	
41	8,56	0,38	4,44	0,19	0,3	1,7	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdięi belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.

Tablo 12. Okratoksin A zeta-skorumları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri

OKRATOKSİN A (Atanmış değer = 8,10 µg/kg)									
KOD	Sonuç (µg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Belirsizlik oranı %	Standart Ö.B. u(x _i)	z skor	zeta skor	u(x _i) < u _{min} (u _{min} = 0,194)	u(x _i) > u _{max} (u _{max} = 1,394)	Değerlendirme
42									
43	9,32	3,52	37,77	1,76	0,7	0,7	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
44	8,96	2,58	28,79	1,29	0,5	0,7	HAYIR	HAYIR	
45	8,25	2,31	28,00	1,16	0,1	0,1	HAYIR	HAYIR	
46									
47									
48									
49									
50	6,96				-0,6				
51	7,59	1,55	20,42	0,78	-0,3	-0,6	HAYIR	HAYIR	
52	7,77	0,28	3,60	0,14	-0,2	-1,4	EVET	HAYIR	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
53	7,48	0,82	10,96	0,41	-0,3	-1,4	HAYIR	HAYIR	
54	7,26	2,09	28,79	1,05	-0,5	-0,8	HAYIR	HAYIR	
55									
56	8,66	2,94	33,95	1,47	0,3	0,4	HAYIR	EVET	Katılımcının bildirdiği belirsizlik yüksektir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.

5.5.3. Toplam Aflatoksin Ölçüm Belirsizliği

TOK013 yeterlilik testi analiz sonuç bildirim formunda “*Ölçüm belirsizliği, sonuç raporlanırken genişletilmiş (k=2) ölçüm belirsizliği oranının (% U) beyan edilen sonuca (C) göre hesaplanması ile (C ± C x U) elde edilmelidir*” açıklaması ile tespit edilen her bir analit ve toplam aflatoksin için belirledikleri ölçüm belirsizlikleri (µg/kg) katılımcılardan istenmiştir. Katılımcılardan gelen toplam aflatoksin belirsizlik hesapları incelenmiş ve değerlendirme yapılmıştır. Katılımcılardan gelen toplam AFL belirsizliği ve her bir analitin sonucuna göre belirsizlikler Tablo 13’ te görülmektedir.

Toplam AFL için ölçüm belirsizliğinin doğru hesaplama yöntemi madde 5.4’de açıklanmıştır. Tablo 13’de katılımcıların hesaplaması gereken toplam AFL belirsizliği de yer almaktadır. Görüldüğü gibi katılımcıların çoğunluğunun farklı belirsizlik değeri verdiği görülmektedir. Bu farklı yaklaşımlar incelenerek bunların sebepleri ve kullanımlarından kaynaklanabilecek olası hatalar aşağıda verilmektedir.

I) Metot geçerli kılma/doğrulama raporunda AFL B1, AFL B2, AFL G1 ve AFL G2 analitlerinin yanında Toplam AFL de bir analit gibi değerlendirilip performans özellikleri hesaplanmaktadır. Buna bağlı olarak da ölçüm belirsizliği raporunda Toplam AFL için de ölçüm belirsizliği bulunmaktadır. Numune geldiğinde toplam aflatoksin sonucu için ölçüm belirsizliği raporunda kullanılan belirsizlik oranından toplam AFL için belirsizlik bildirilmektedir. Olası hatalar 2 örnekle açıklanmaktadır:

Örnek 1	Numune sonucu (µg/kg)	Ö.B. raporundaki belirsizlik oranı	Sonuç ± ÖB (µg/kg)	Toplam için olması gereken
AFL B1	5,00	% 14	5,00 ± 0,70	-
AFL B2	2,00	% 15	2,00 ± 0,30	-
AFL G1	3,00	% 14	3,00 ± 0,42	-
AFL G2	1,00	% 18	1,00 ± 0,18	-
Toplamları	11,00	% 17	11,00 ± 1,87	11,00 ± 0,89 (madde 5.4’e göre)

Örnek 2	Numune sonucu (µg/kg)	Ö.B. raporundaki belirsizlik oranı	Sonuç ± ÖB (µg/kg)	Toplam için olması gereken
AFL B1	5,00	% 14	5,00 ± 0,70	-
AFL B2	-	% 15	0	-
AFL G1	-	% 14	0	-
AFL G2	-	% 18	0	-
Toplamları	5,00	% 17	5,00 ± 0,85	5,00 ± 0,70

Görüldüğü gibi toplam aflatoksinin ayrı bir analit gibi düşünülüp validasyon ve ölçüm belirsizliği raporlarına dahil edilmesi sonucunda belirsizliğin yüksek çıkması ve/veya numune

sonucunda olmayan aflatoksinlerin etkilerinin toplam aflatoksin belirsizliğine dahil edilerek yanlış hesaplama hataları ortaya çıkmaktadır. Özellikle numunede sadece aflatoksinlerden (B1, B2, G1, G2) bir veya birkaçı olduğu durumda bu hata belirgin hale gelmektedir.

2) Toplam AFL beklenildiği gibi bir analit olarak değerlendirilmeyerek metot geçerli kılma/doğrulama raporunda ve ölçüm belirsizliği raporunda bulunmaz. Laboratuvara gelen numunenin analizi sonucunda tespit edilen AFL analitlerinin belirsizliği hesaplandıktan sonra hepsi toplanarak toplam AFL için belirsizlik hesaplanır. Olası hata için örnek:

Örnek 1	Numune sonucu (µg/kg)	Ö.B. raporundaki belirsizlik oranı	Sonuç ± ÖB (µg/kg)	Toplam için olması gereken
AFL B1	5,00	% 14	5,00 ± 0,70	-
AFL B2	2,00	% 15	2,00 ± 0,30	-
AFL G1	3,00	% 14	3,00 ± 0,42	-
AFL G2	1,00	% 18	1,00 ± 0,18	-
Toplamları	11,00	-	11,00 ± 1,60	11,00 ± 0,89 (madde 5.4'e göre)

Görüldüğü gibi bu durumda da belirsizlik neredeyse 2 katı fazla hesaplanmaktadır.

Ölçüm belirsizliği raporunda da ölçüm belirsizliğine katkısı olan bileşenler hesaplanır ve birleştirilirken kareleri alınarak toplanır ve toplam sonucun karekökü standart ölçüm belirsizliği olarak bulunur. Aynı durum toplam AFL ölçüm belirsizliği için veya toplam ölçüm belirsizliği verilecek diğer toksinler için de geçerlidir. Madde 5.4'de belirtilen yaklaşımı uygulamak katılımcıların toplam aflatoksin belirsizliğini doğru hesaplamalarını sağlaması yanında katılımcılar arasında farklı ölçüm belirsizliği hesaplamalarının önlenmesi ve birliktelik sağlanması açısından da önemlidir.

Tablo 13'te de görüldüğü gibi sadece on dokuz (19) katılımcı toplam aflatoksin ölçüm belirsizliğini doğru hesaplamıştır. Yanlış hesaplayanlardan yirmi bir katılımcı AFL B1, B2, G1 ve G2 belirsizliklerini toplayarak hesaplamış, diğerleri ise farklı şekilde (validasyon raporundaki verilerden vb.) hesaplamıştır.

Tablo 13. Toplam Aflatoksin için bildirilen ve olması gereken ölçüm belirsizlikleri

KOD	Sonuç	Bildirilen Toplam AFL Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Bildirilen AFL B1 Ö.B. (± µg/kg)	Bildirilen AFL B2 Ö.B. (± µg/kg)	Bildirilen AFL G1 Ö.B. (± µg/kg)	Bildirilen AFL G2 Ö.B. (± µg/kg)	Olmaması gereken Toplam AFL Ö.B. (± µg/kg)
1	19,56	4,77	1,24	0,29	2,87	0,37	3,16
2	19,74	1,90	1,18	0,48	1,26	0,62	1,90
3	26,06	3,72	1,53	0,36	1,23	0,60	2,08
4	24,62	3,53	1,34	0,47	1,27	0,46	1,96
5	24,45	10,89	2,43	0,64	1,66	0,81	3,12
6	24,18	0,20	0,18	0,17	0,27	0,23	0,43
7	22,27	2,75	2,04	0,75	1,61	0,49	2,75
8	24,94	3,26	1,22	0,34	1,24	0,46	1,83
9	24,71	2,90	1,02	0,27	1,25	0,36	1,67
10	20,40	0,05	0,04	0,05	0,07	0,04	0,10
11	15,13	0,48	0,25	0,31	0,19	0,19	0,48
12	24,20	8,23	3,76	1,35	2,44	0,81	4,75
13	20,21	1,62	1,00	0,29	0,71	0,24	1,28
14	25,94	4,30	3,11	0,71	2,79	0,74	4,30
15	24,57	5,79	2,68	0,32	2,53	0,26	3,71
16	23,14	3,07	1,21	0,37	1,07	0,42	1,71
17	24,55	0,79	0,12	0,23	0,12	0,32	0,43
18	22,56	2,28	1,61	0,51	1,40	0,60	2,27
19	21,69	3,77	1,82	0,64	1,28	0,58	2,39
20	22,34	2,25	1,75	0,54	1,23	0,40	2,24
21	18,59	3,42	0,66	0,19	0,62	0,25	0,96
22	19,94	4,55	1,83	0,72	1,42	0,58	2,49
23	14,65	2,76	0,98	0,25	1,16	0,37	1,58
24	20,14	2,82	1,16	0,34	0,71	0,58	1,52
25	22,24	2,65	2,05	0,56	1,51	0,51	2,66
26	21,74	5,43	4,63	1,29	2,27	1,09	5,43
27	21,16	5,97	2,14	0,77	1,63	0,72	2,89
28	22,07	3,73	2,88	0,90	2,04	0,79	3,73
29	26,37	2,81	2,19	0,63	1,56	0,55	2,82
30	22,28	2,32	1,43	0,46	1,64	0,67	2,32
31	25,83	3,55	1,22	0,43	1,29	0,60	1,92
32	23,56	2,52	1,97	0,50	1,41	0,49	2,52
33	20,34	0,08	0,16	0,15	0,12	0,18	0,31
34	22,63	1,13	0,58	0,17	0,27	0,11	0,67
35	20,34	5,34	1,93	0,85	1,88	0,68	2,91
36	23,53	3,53	2,35	0,55	1,48	0,48	2,87
37	18,51	5,47	2,50	0,80	1,44	0,73	3,08
38	26,45	8,19	2,20	0,50	1,29	0,40	2,63

Tablo 13. Toplam Aflatoksin için bildirilen ve olması gereken ölçüm belirsizlikleri

KOD	Sonuç	Bildirilen Toplam AFL Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (± µg/kg)	Bildirilen AFL B1 Ö.B. (± µg/kg)	Bildirilen AFL B2 Ö.B. (± µg/kg)	Bildirilen AFL G1 Ö.B. (± µg/kg)	Bildirilen AFL G2 Ö.B. (± µg/kg)	Olmaması gerekten Toplam AFL Ö.B. (± µg/kg)
39	14,73	2,35	1,76	0,56	1,37	0,48	2,35
40	20,33	2,90	1,52	0,55	2,30	0,70	2,90
41	21,48	3,65	0,42	0,19	0,88	0,29	1,03
42	22,85	2,36	2,21	0,30	0,73	0,26	2,36
43	14,60	0,76	2,25	0,76	1,78	0,80	3,07
44	18,94	2,59	1,22	0,28	0,80	0,29	1,51
45	26,97	3,78	2,74	1,13	2,22	0,73	3,77
46	23,76	1,22	0,84	0,48	0,70	0,26	1,22
47	21,65	2,28	1,10	0,59	1,06	0,74	1,80
48	21,79	2,61	1,12	0,35	0,84	0,30	1,47
49	23,53	0,70	0,52	0,16	0,39	0,19	0,70
50	20,85	4,69	2,07	0,55	1,58	0,47	2,70
51	18,96	5,24	2,02	0,60	1,94	0,68	2,94
52	22,94	0,37	0,28	0,32	0,29	0,30	0,60
53	20,51	1,92	1,43	0,54	1,03	0,55	1,92
54	20,96	7,72	3,08	1,07	2,38	1,19	4,21
55	17,14	0,19	0,09	0,04	0,09	0,02	0,13
56	22,85	2,74	1,43	0,25	0,83	0,23	1,69

6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcılar tarafından doldurularak gönderilmiş, katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Aflatoksinler için Tablo 14’te, Okratoksin A için Tablo 15’te sunulmuştur.

Tablo 14. Katılımcı Analiz Bilgileri (Aflatoksin Analizi)

Akredite Metot																																															
Evet	1	2	4	5	7	8	9	10	11	12	14	15	16	17	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	37	38	39	40	41	43	44	47	48	49	51	53	54	55	56	
Hayır	3	6	13	18	36	42	45	46	50	52																																					
Metot Kaynağı																																															
İşletme-içi Metot	10	27	40	47	49																																										
Uluslar arası Dergide Yayınlanmış Makale	39																																														
Uluslar arası Standart	1	3	5	6	8	11	12	13	14	15	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	41	42	43	44	45	46	48	50	51	52	53	55	56			
Talimat/Teknik Not/Uygulama Notu	2	4	7	9	16																																										
Boş	54																																														
Tartılan numune miktarı (g)																																															
< 5	30	39																																													
≥ 5 - < 10	2	14	27	35	43	50																																									
≥ 10 - < 25	1	26	41																																												
≥ 25 - < 50	3	5	10	11	12	13	18	21	23	28	29	33	37	45	48	51																															
≥ 50	4	6	7	8	9	15	16	17	19	20	22	24	25	31	32	34	36	38	40	42	44	46	47	49	52	53	54	55	56																		
Ekstraksiyon Solventleri																																															
Asetik asit/Asetonitril/Su	2	27																																													
Asetonitril/Formik asit/Su	35	43																																													
Asetonitril/Metanol/Su	41																																														
Fosfat tampon/Metanol/Su	19	24																																													
Fosfat tampon/Metanol/Su/Tween 20	13																																														
Metanol/Su	1	3	5	9	10	12	14	15	16	17	18	20	21	22	23	25	26	28	29	30	31	32	33	34	36	37	38	39	40	42	44	45	46	47	48	50	51	52	53	54	56						
Metanol/Su/NaCl	4	6	7	8	11	49	55																																								
Saflaştırma Yöntemi																																															
IAK	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	28	29	30	31	32	34	37	38	40	41	42	44	45	46	48	49	50	51	52	53	54	55
SPE	36	47	56																																												
Yok	2	27																																													

≥ 40 – < 50	4	5	9	10	12	13	14	15	16	19	21	25	26	30	31
	33	34	39	40	44	45	49	53	56						
Boş	8														
Mobil Faz															
Amonyum format/Asetonitril/Formik asit/Su	27														
Amonyum format/Formik asit/Metanol/Su	35														
Asetonitril/Metanol	33														
Asetonitril/Metanol/HNO ₃ ve KBr	20														
Asetonitril/Metanol/Su	1	18	22	24	29	30	38	51	54						
Asetonitril/Metanol/Su/HNO ₃	6														
Asetonitril/Metanol/Su/HNO ₃ ve KBr	3	5	7	8	9	11	12	15	17	26	31	32	36	41	42
	45	46	48	50	52	55	56								
Metanol/Su	39	43													
Metanol/Su/HNO ₃ ve KBr	4	10	13	14	16	19	21	23	25	28	34	37	40	44	47
	49	53													
Boş	2														
Türevlendirme															
Kobracell	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
	18	19	20	21	22	23	24	25	26	28	29	30	31	32	34
	36	37	38	40	41	42	44	45	46	47	48	49	50	52	53
	55														
Pre-kolon Türevlendirme	1														
Var	54														
Yok	2	27	33	35	39										
Boş	43	51	56												

Tablo 15. Katılımcı Analiz Bilgileri (Okrotoksin A Analizi)

Akredite Metot															
Evet	1	2	4	5	6	8	9	14	19	21	22	23	27	29	30
	31	32	33	34	35	38	39	40	41	43	44	45	51	53	54
	56														
Hayır	3	13	18	24	50	52									
Metot Kaynağı															
İşletme-içi Metot	8	9	27	33	40										
Ulusal Standart	19	22													
Uluslar arası Dergide Yayınlanmış Makale	39														
Uluslar arası Standart	1	3	5	13	14	18	21	29	30	31	34	35	38	41	43
	50	51	52	53	56										
Talima /Teknik Not/Uygulama Notu	2	4	6	23	24	32	44	45							
Boş	54														
Tartılan numune miktarı (g)															
< 5	39														
≥ 5 - < 10	2	14	27	30	35	43	56								
≥ 10 - < 25	1	4	6	13	21	24	33	41	44	50	53				
≥ 25 - < 50	3	5	18	19	22	23	29	32	34	45	51	52	54		
≥ 50	8	9	38	40											
Boş	31														
Ekstraksiyon Solventleri															
Asetik asit/Asetonitril/Su	2	24	27	52											
Asetik asit/Fosfat tampon/Metanol/Sodyum bikarbonat	13														
Asetonitril/Formik asit/Su	43														
Asetonitril/Metanol/Su	41														
Asetonitril/Su	18	35													
Fosfat tampon/Metanol/Sodyum bikarbonat	9														
Fosforik asit/Metanol/Su	22														
Metanol/Sodyum bikarbonat	1	4	19	23	31	32	34	44	45	53					
Metanol/Sodyum bikarbonat/Su	14	29													
Metanol/Su	3	5	8	30	38	39	40	51	54						
Sodyum bikarbonat/Su	21	33	50	56											
Sodyum hidrojen karbonat/Su	6														
Saflaştırma Yöntemi															
IAK	1	3	4	5	6	8	9	13	14	18	19	21	22	23	24
	29	30	31	32	34	38	40	41	44	45	50	51	52	53	54
SPE	56														
Boş	2	27	33	35	39	43									
Saflaştırma Kolon/Kartuş Markası															
Aokin	5	40													
Eurofins	1														
R-Biopharm	3	4	6	8	9	13	14	19	23	24	29	30	31	34	38
	45	50	51	52	53										
Romer	21	22	32	44	56										
Yok	39														
Boş	2	18	27	33	35	41	43	54							

Kalibrasyon Standart Markası

A2S	43
Biopure	3 14
Dr Ehrenstorfer	40 51
Fermentek	21
LabStandart	22
N'Tox	1
Pa Grup	13 30
Pribolab	27
R-Biopharm	4 23 29 52
Romer	32 56
Sigma Aldrich	8 9 31 39
Supelco	24 34
TachoMed	2
Toronto Research Chemicals (TRC)	5 35
Trilogy	6 19 29 34 38 44 45 50 53
Boş	18 33 41 54

Mikotoksin Belirleme Yöntemi

HPLC-FLD	1 3 4 5 6 8 9 13 18 19 21 22 23 24 29
	30 31 32 33 34 38 40 41 44 45 50 51 52 53 56
HPLC-UV	14
LC-MS/MS	2 27 35 39 43
Boş	54

Enjeksiyon Hacmi (µL)

≥ 5 – < 10	39 43 44
≥ 10 – < 25	2 27 33
≥ 25 – < 50	56
≥ 50 – < 100	1 30 50
≥ 100 – < 150	3 4 5 6 8 9 13 14 18 19 21 22 23 24 29
	31 32 34 38 40 41 45 51 52 53 54
Boş	35

Kolon Sıcaklığı (°C)

> ortam sıcaklığı – < 30	9 23 27 35 41
≥ 30 – < 40	1 2 43 44 50
≥ 40 – < 50	3 4 5 6 13 14 18 19 21 22 24 29 30 31 32
	33 34 38 39 40 45 51 52 53 54 56
Boş	8

Mobil Faz

Amonyum format/Asetonitril/Formik asit/Su	27
Amonyum format/Formik asit/Metanol/Su	35
Asetik asit/Asetonitril	44
Asetik asit/Asetonitril/Su	1 3 4 8 9 13 14 18 19 21 22 23 24 29 30
	31 32 34 38 45 50 51 52 53 54 56
Asetik asit/Metanol/Su	33
Asetonitril/Metanol/Su/HNO ₃ ve KBr	41
Asetonitril/Metanol/Su	6
Metanol/Su	5 39 43
Metanol/Su/HNO ₃ ve KBr	40

Boş	2
Türevlendirme	
Kobracell	40 41
Yok	1 2 3 4 8 9 13 14 19 21 23 27 29 30 31 32 33 34 35 38 39 50 52 53
Boş	5 6 18 22 24 43 44 45 51 54 56

7. GÖZLEMLER

Kuru incir ülkemiz açısından en önemli tarım ve ihracat ürünlerinden birisidir. Dünya kuru incir üretiminde ve ihracatında ülkemiz birinci sırada yer almaktadır. Kuru incir doğası itibariyle mikotoksin oluşumuna yatkın bir üründür. Bu nedenle laboratuvarlar tarafından yapılan analizlerle mikotoksinlerin tespit edilmesi ve doğru şekilde miktar tayininin yapılması gerekmektedir. Yeterlilik testleri yoluyla bunun denetlenmesi de ayrı bir önem taşımaktadır.

UGRL 2013 yılından beri mikotoksin alanında yeterlilik testleri düzenlemektedir. Bu çevrimlerin beş tanesi kuru incir ile ilgilidir. Katılımcı laboratuvarlarımızın analit bazında başarı oranları aşağıda Tablo 16’da verilmektedir. Başarı oranı uygun z-skoru aralığında çıkan katılımcı sayısının toplam z-skoru sayısına oranı olarak yüzde ile ifade edilmektedir.

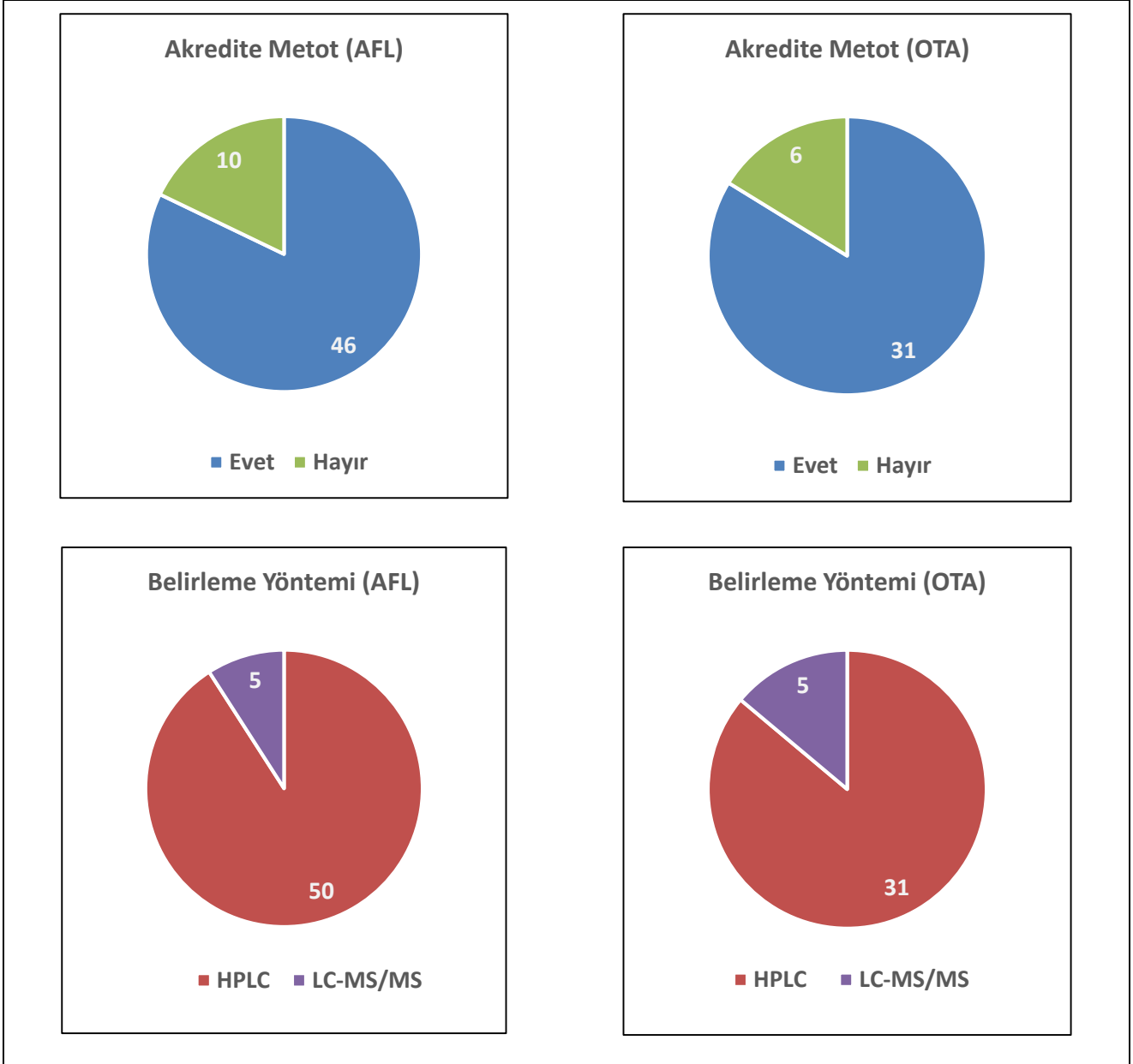
Tablo 16. Yıllara göre kuru incir mikotoksin çevrimleri katılımcı başarı oranları (yüzde)

	1.Çevrim (2013)	2.Çevrim (2014)	3.Çevrim (2016)	4.Çevrim (2019)	5.Çevrim (2021)
	2014-MİK-01	2014-MİK-02	2016-MİK-01	TOK009	TOK013
AFL B1	97	93	100	100	100
AFL B2	97	93	98	100	100
AFL G1	93	97	98	98	100
AFL G2	92	95	100	100	100
Toplam AFL	97	98	98	100	100
OTA	-	-	-	-	100

Kamu ve özel laboratuvarların başvurusu ile toplam 56 katılımcı ile düzenlenen TOK013 çevrimi sonucunda katılımcıların z-skoru yönünden başarı oranı yüksektir. Ancak ölçüm belirsizliği yönünden incelendiğinde zeta-skoru başarı yüzdeleri z-skoru başarı yüzdelerine göre düşüktür. Katılımcılar z-skoru yönünden tüm analitlerde %100 başarılı olmalarına rağmen, ölçüm belirsizliği verilerinin değerlendirildiği zeta-skorunda başarı oranının AFL B1 için %77, AFL B2 için %79, AFL G1 için %71, AFL G2 için %70 ve OTA için %67 olduğu görülmektedir. Ayrıca katılımcıların sadece %34’ü (19/56) toplam aflatoxin belirsizliğini doğru hesaplayabilmektedir. Bu durum kuru incir ihracat numunelerinin analizinde toplam aflatoxin ölçüm belirsizliğini doğru ifade etmekte sıkıntılara

yol açabilecektir. Bu nedenle raporda bahsi geçen doğru hesaplama yönteminin benimsenmesi önem taşımaktadır.

Bu çevrimde AFL ve OTA analizleri için akredite metot kullanımı ve mikotoksin belirleme yöntemine ilişkin durum özeti, katılımcı sayılarına göre Şekil 7'de verilmektedir.



Şekil 7. Akredite metot kullanımı ve mikotoksin belirleme yöntemi

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) TÜRKAĞ- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü, Rev. No:10 -16 Aralık 2019
- (7) NMKL Prosedür No:5,2 Ed.2003. Estimation and expression of measurement uncertainty in chemical analysis.
- (8) Ellison, S. L. R. Including correlation effects in an improved spreadsheet calculation of combined standard uncertainties, Accred Qual Assur (2005) 10: 338–343.