



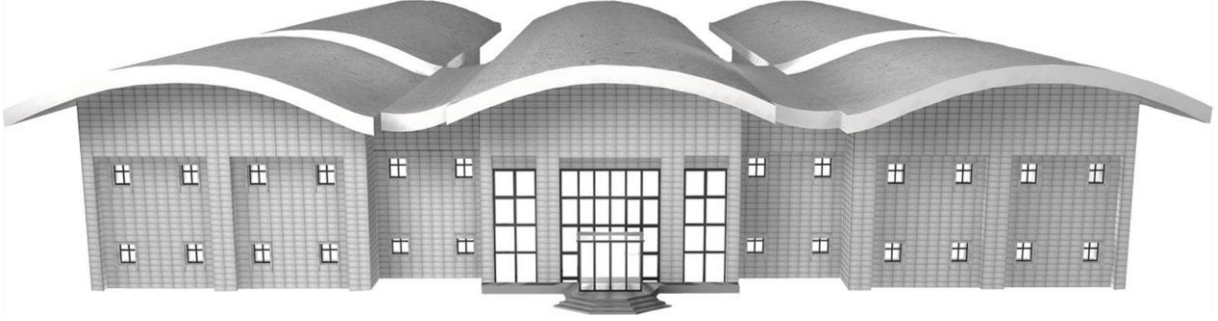
**T.C.**  
**TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI**  
**Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü**



AB-0015-YT

UGRL YT  
Raporu  
KOB014

Yayın Tarihi  
10/25



# **YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**

**Balda Hidroksimetilfurfural (HMF) ve Naftalin Analizi**  
**UGRL YT Raporu – KOB014**  
**Eylül-Ekim 2025**

**GENEL BİLGİLER****YT Çevrim Kodu ve Adı:** KOB014-Balda Hidroksimetilfurfural (HMF) ve Naftalin Analizi**Test Materyali Gönderim Tarihi:** 16/09/2025**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 16/10/2025**Rapor Yayın Tarihi:** 31/10/2025**Raporu Hazırlayan(lar):**  
Gökçe ÖZKARA  
Katkı, Orijin Tespiti,  
Taklit ve Tağşiş  
Bölümü  
Ayşe ALTUNBOY  
Katkı, Orijin Tespiti,  
Taklit ve Tağşiş  
Bölümü  
Dr.Özge Ç.AÇAR  
Katkı, Orijin Tespiti,  
Taklit ve Tağşiş  
Bölümü**Çevrim Koordinatörü:**  
Dr. Özge ÇETİNKAYA AÇAR  
Katkı, Orijin Tespiti, Taklit ve Tağşiş Bölümü**YT Koordinatörü:**  
Dr. M. Alp ÇETİNKAYA  
Yeterlilik Testi Bölümü**Raporu Onaylayan:**  
Dr.Berrin ŞENÖZ  
MÜDÜR  
Kurum içi elektronik imza ile onaylanmıştır**YT Düzenleyici:** ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ  
Fatih Sultan Mehmet Bulvarı, No:70, 06170,  
Yenimahalle – ANKARA  
**Tel.:** 0312 327 41 81  
**Faks:** 0312 327 41 56  
**e-posta:** ugrl@tarimorman.gov.tr  
**Web:** http://gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans

**İÇİNDEKİLER**

|                                                  |    |
|--------------------------------------------------|----|
| ÖZET .....                                       | 4  |
| 1. GİRİŞ .....                                   | 5  |
| 2. GİZLİLİK .....                                | 5  |
| 3. TEST MATERYALİ .....                          | 6  |
| 3.1. HAZIRLAMA.....                              | 6  |
| 3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....              | 6  |
| 3.3. DAĞITIM .....                               | 8  |
| 4. SONUÇLAR.....                                 | 8  |
| 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ..... | 9  |
| 5.1. ATANMIŞ DEĞER .....                         | 9  |
| 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....            | 9  |
| 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....              | 10 |
| 5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI .....     | 11 |
| 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....    | 16 |
| 7. GÖZLEMLER .....                               | 22 |
| 8. REFERANSLAR .....                             | 22 |

**TABLolar**

|                                                                                                                                               |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti.....                                                                                                | 4  |
| Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....                                                                        | 7  |
| Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme .....                                                                                     | 8  |
| Tablo 4. Özet istatistik değerlendirmesi, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları,<br>uygun ve uygun olmayan z-skoru sayıları ..... | 11 |
| Tablo 5. Katılımcı sonuçları ve z-skorları .....                                                                                              | 12 |
| Tablo 6. Katılımcı analiz bilgileri.....                                                                                                      | 16 |

**ŞEKİLLER**

|                                                            |    |
|------------------------------------------------------------|----|
| Şekil 1. Hidroksimetilfurfural (HMF) için z-Skorları ..... | 14 |
| Şekil 2. Naftalin için z-Skorları Histogramı.....          | 15 |

**ÖZET**

- Çevrim için başvuruda bulunan 61 katılımcıya, 16/09/2025 tarihinde ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ ile birlikte 100 g yeterlilik test materyali (bal) gönderilmiştir. Katılımcılardan test materyalinde hidroksimetilfurfural (HMF) ve naftalin için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir. Çevrim süresi içerisinde 45 nolu katılımcı resmi yazı ile analizi kapsamdan çektiğini bildirerek sonuç bildirmemiş, kalan 60 katılımcı sonuç bildirmiştir.
- Atanmış değer ( $X_{pt}$ ) olarak her iki parametre için katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntemler ile belirlenen uzlaşşı değeri (consensus value) kullanılmıştır.
- Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ), uygun Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır.
- Katılımcının performanslarının değerlendirilmesinde her bir analit için atanmış değer belirsizliği ( $u(X_{pt})$ ) dikkate alınarak, performans z-skoru ya da  $z'$  skoru cinsinden ifade edilmiştir. Atanmış değer belirsizliğinin düşük olduğu hidroksimetilfurfural (HMF) için belirsizlik ihmal edilerek z skoru hesaplanırken, belirsizliğin yüksek olduğu naftalin için belirsizlik performans skoru hesabına dahil edilerek  $z'$  skoru hesaplanmıştır. Eğer  $|z| \leq 2$  ya da  $|z'| \leq 2$  ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- Balda Hidroksimetilfurfural (HMF) ve Naftalin Analizi Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.

**Tablo 1.** Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

| Analit                      | Atanmış değer ( $X_{pt}$ ) (%) | $ z  \leq 2$ skor sayısı | Toplam skor sayısı | % $ z  \leq 2$ |
|-----------------------------|--------------------------------|--------------------------|--------------------|----------------|
| Hidroksimetilfurfural (HMF) | 57,2                           | 57                       | 59                 | 97             |
| Naftalin                    | 85,3                           | 11                       | 12                 | 92             |

## 1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Testi Sağlayıcılarının Yetkinliği İçin Genel Gereklilikler” 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 Laboratuvarları Yönetmeliği”nin kontroller başlıklı 28’ inci maddesi 1’ inci fıkrası hükmü gereği yönetmeliğe tabi laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılınmıştır.

UGRL tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinin programının planlanması, performans değerlendirilmesi ve nihai rapor yetkisi aşamaları haricinde deney programının çeşitli kısımları taşeronla verilebilir.

## 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 tarafından istenildiği durumda gizli olarak bildirilmektedir.

Katılımcı yasal otoriteye, akreditasyon kuruluşlarına ve müşterilerine sunmak üzere raporda yayınlanan kendine ait bilgileri kullanabilir. Bunun dışında, raporda yer alan bilgiler, veriler ve grafikler hiçbir şekilde akademik yayın, reklam vb. amaçlarla kullanılamaz. Bu bilgilerin kullanım hakkı Tarım ve Orman Bakanlığı, Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü’ne aittir.

### 3. TEST MATERYALİ

#### 3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında yaklaşık 9 kg bal kullanılmıştır. Farklı balların paçal yapılması ile hazırlanan yığın materyal hidroksimetilfurfural (HMF) ve naftalin parametreleri açısından analiz edilmiş, analiz sonucunda yığın materyalde 58 mg/kg HMF tespit edilmiş olup 10 µg/kg (ppb) ölçüm limiti ile naftalin tespit edilememiştir. Yığın materyale naftalin için spike yapılmasına karar verilmiş, HMF için ilave spike yapılmasına gerek duyulmamıştır. Naftalin için yığın materyalde toplamda 150 µg/kg (ppb) naftalin hedeflenerek spike çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan spike çözeltisi bala eklenmiş ve materyal iyice karıştırılarak homojen hale getirilmiştir. Homojenize edilen test materyali, yeterlilik test materyali kaplarına en az 100'er g olacak şekilde aktarılmıştır. Numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar -20 °C'de muhafaza edilmiştir.

#### 3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528:2015 Standardı<sup>1</sup> esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Analizler Hidroksimetilfurfural (HMF) parametresi için HPLC-DAD cihazı ile, naftalin parametresi için Headspace-GC/MS cihazı ile gerçekleştirilmiş ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Homojenlik testinden elde edilen veriler “görsel olarak sapan değerler, değerlerde herhangi bir artış-azalma eğilimi, paraleller arası sapan değer” olup olmadığı açılarından kontrol edilmek üzere grafiğe geçirilmiş ve yapılan kontrollerde verilerin uygun olduğu görülmüştür. Görsel değerlendirmenin ardından homojenlik verileri aykırı değerler açısından Cochran testi ile değerlendirilmiştir. İstatistiksel değerlendirmede  $s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$  koşulunun sağlanması homojenliğin yeterli olduğunu göstermiştir.  $\sigma_{pt}$  hesaplanmasında uygun Horwitz eşitliği kullanılmıştır. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır.

Homojenlik verileri ve istatistiksel değerlendirme Tablo 2’de verilmektedir.

**Tablo 2.** Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme

| Sıra no                                         | Hidroksimetilfurfural (HMF)<br>(mg/kg) |              | Naftalin<br>(µg/kg) |          |
|-------------------------------------------------|----------------------------------------|--------------|---------------------|----------|
|                                                 | Tekrar_1                               | Tekrar_2     | Tekrar_1            | Tekrar_2 |
| 1                                               | 58,07                                  | 58,67        | 113,48              | 112,79   |
| 2                                               | 58,52                                  | 58,79        | 107,54              | 112,15   |
| 3                                               | 57,57                                  | 57,8         | 110,82              | 112,46   |
| 4                                               | 58,45                                  | 58,06        | 106,13              | 109,76   |
| 5                                               | 56,99                                  | 56,89        | 110,84              | 109,72   |
| 6                                               | 58,36                                  | 58,43        | 109,27              | 103,81   |
| 7                                               | 58,30                                  | 58,58        | 132,57              | 109,63   |
| 8                                               | 56,92                                  | 57,27        | 118,41              | 107,50   |
| 9                                               | 57,82                                  | 57,90        | 116,40              | 114,38   |
| 10                                              | 59,48                                  | 58,97        | 113,31              | 116,74   |
| 11                                              | 57,23                                  | 58,30        | 117,01              | 123,14   |
| 12                                              | 57,75                                  | 57,81        | 109,40              | 109,22   |
| <b>Ortalama</b>                                 |                                        | 58,04        | 112,77              |          |
| <b>σ<sub>pt</sub> (Horwitz)</b>                 |                                        | 5,04         | 24,81               |          |
| <b>0,3 x σ<sub>pt</sub> (kritik değer)</b>      |                                        | 1,51         | 7,44                |          |
| <b>s<sub>x</sub> (örnek ort. std. sapması)</b>  |                                        | 0,31         | 5,66                |          |
| <b>s<sub>w</sub> (örnek-içi std. sapma)</b>     |                                        | 0,65         | 4,52                |          |
| <b>s<sub>s</sub> (örnekler-arası std.sapma)</b> |                                        | 0,61         | 2,11                |          |
| <b>ss ≤ 0,3 σ<sub>pt</sub></b>                  |                                        | <b>GEÇER</b> | <b>GEÇER</b>        |          |

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> esas alınarak, çevrim süresi boyunca test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre test edilmiştir. Kararlılık kontrolünde; yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün gerçekleştirilen homojenlik testi sonuçları referans kontrol değeri (t1 (kontrol)) olarak alınarak, yeterlilik test materyali gönderimi öncesi (t2), yeterlilik test materyali kargo iletim günü (t3) ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihi sonrası (t4) olmak üzere toplam dört farklı zamanda deneyler gerçekleştirilmiştir. Kargo koşulları göz önünde bulundurularak, yeterlilik test materyallerinin kargoya verildiği gün oda sıcaklığına çıkartılan ve kargo koşullarında bekletilen üç adet test materyali katılımcıların tamamının kargolarını teslim aldığı üçüncü günün sonunda analiz edilmiştir. Kararlılık testi analizlerinin yapıldığı diğer üç test materyali yeterlilik testi sonuç bildirim tarihi sonrasına kadar -20 °C’de muhafaza edilmiştir. Kararlılık testlerinde analiz edilen örnekler, tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerinde, homojenlik testi verilerinden elde edilen analiz sonuçları ortalaması ( $y_1$ ) ile, yukarıda belirtilen zamanlarda iki tekrarlı

olarak analiz edilen üçer örnekten elde edilen sonuçların ortalaması ( $y_x$ ) arasındaki farka bakılmış ve  $|y_1 - y_x| \leq 0,3 \sigma_{pt}$  koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir.  $\sigma_{pt}$  değeri olarak homojenlik testinde belirlenen değer kullanılmıştır. ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> uyarınca gerçekleştirilen bu kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme Tablo 3'te verilmektedir. Gerçekleştirilen kararlılık testi sonuçları, hazırlanan yeterlilik testi materyalinin tüm analitler için çevrim süresi sonuna kadar yeterince kararlı olduğunu göstermektedir.

**Tablo 3.** Kararlılık testi verileri ve değerlendirme

| Analitler                            | Hidroksimetilfurfural (HMF)<br>(mg/kg) |       |               |       | Naftalin<br>(µg/kg) |        |               |        |
|--------------------------------------|----------------------------------------|-------|---------------|-------|---------------------|--------|---------------|--------|
|                                      | t1<br>(kontrol)                        | t2    | t3            | t4    | t1<br>(kontrol)     | t2     | t3            | t4     |
| Sıcaklık (~ °C)                      | -                                      | -20   | oda sıcaklığı | -20   | -                   | -20    | oda sıcaklığı | -20    |
| Süre (gün)                           | -                                      | 6     | 10            | 41    | -                   | 6      | 10            | 41     |
| n                                    | 24                                     | 6     | 6             | 6     | 24                  | 6      | 6             | 6      |
| Ortalama                             | 58,04                                  | 57,52 | 57,80         | 58,18 | 112,77              | 111,39 | 109,77        | 106,27 |
| Std.Sapma                            | 0,31                                   | 0,59  | 1,24          | 0,19  | 5,65                | 10,86  | 11,75         | 4,99   |
| $0,3\sigma_{pt}$                     |                                        | 1,51  |               |       |                     | 7,93   |               |        |
| $ y_1 - y_x $                        | -                                      | 0,52  | 0,24          | 0,15  | -                   | 1,38   | 3,00          | 6,50   |
| $ y_1 - y_x  \leq 0,3 \sigma_{pt} ?$ | -                                      | GEÇER | GEÇER         | GEÇER | -                   | GEÇER  | GEÇER         | GEÇER  |

### 3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (bal), 16/09/2025 tarihinde katılımcı laboratuvarlara kargo yolu ile eş zamanlı olarak gönderilmiştir. Katılımcı laboratuvar kodları, yeterlilik test materyali ile birlikte gönderilen '**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**' aracılığı ile katılımcılara iletilmiştir.

## 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan kendilerine gönderilen KOB014 kodlu çevrime özgü '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**'nu kullanarak, test materyalinde yer alan hidroksimetilfurfural (HMF) ve naftalin için miktarsal olarak sonuç bildirmeleri istenmiştir. Elektronik ortamda doldurulan formun, başvuru formunda belirtilen resmi kurum veya yetkili kişi e-posta adresi üzerinden, çevrim koordinatörü e-posta adresine 16/10/2025 tarihine kadar gönderilmesi istenmiştir.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 61 katılımcıdan 45 nolu katılımcı çevrim süresi içerisinde resmi yazı ile analizi kapsamdan çektiğini bildirerek sonuç bildirmemiş, kalan 60 katılımcı sonuç bildirmiştir.



## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değerin ve yeterlilik standart sapmasının hesaplanmasında kullanılacak istatistiksel yöntem belirlenmeden önce, katılımcılar tarafından iletilen sonuçların uygunluk yönünden değerlendirilmesi yapılmıştır. Bu amaçla kaba hata olup olmadığı kontrol edilmiş, tanımlayıcı istatistik, normal dağılıma uygunluk (Shapiro-Wilk, Lilliefors K-S testleri) değerlendirilmesi yanında görsel inceleme (QQ-plot, Kernel Density Plot) yapılmıştır. Değerlendirmeler sonucunda, hidroksimetilfurfural (HMF) ve naftalin parametrelerinin her ikisi için tüm katılımcı sonuçları üzerinden sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.

### 5.1. ATANMIŞ DEĞER

Hidroksimetilfurfural (HMF) ve naftalin parametrelerinin her ikisi için atanmış değer ( $X_{pt}$ ) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşma değeri (consensus value) kullanılmıştır. Sağlam ortalama ve sağlam standart sapma UGRL-Stat istatistik programı kullanılarak ISO 13528 standardına uygun olarak Q/Hampel yöntemiyle belirlenmiştir<sup>2</sup>. Sağlam ortalama atanmış değer ( $X_{pt}$ ) olarak alınmış ve sağlam standart sapma ile de aşağıdaki formüle göre atanmış değerin standart belirsizliği  $u(X_{pt})$  hesaplanmıştır<sup>1</sup>

$$u(X_{pt}) = 1,25 \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

$s^*$ : Sağlam (robust) standart sapma

$p$ : Geçerli sonuç sayısı

### 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) hesaplanmasında, genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi kullanılmıştır<sup>2</sup>. Hidroksimetilfurfural (HMF) ve naftalin parametreleri için  $\sigma_{pt}$ , boyutsuz konsantrasyonlarının  $1,2 \times 10^{-7}$ 'den yüksek ya da düşük olması koşuluna göre aşağıda belirtilen eşitlikler kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\sigma_{pt} = 0,02 c^{0,8495} / mr \quad (\text{Hidroksimetilfurfural (HMF)})$$

$$\sigma_{pt} = 0,22 c / mr \quad (\text{Naftalin})$$

$c$ : Atanmış değer ( $X_{pt}$ ) (boyutsuz kütle oranı cinsinden ifade edilir, örn: 1 ppm= $10^{-6}$ , 1 ppb= $10^{-9}$ )

$mr$ : Boyutsuz kütle oranı (Örn: 1 ppm= $10^{-6}$ , 1 ppb= $10^{-9}$ )

### 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansının değerlendirilmesinde ISO 13528 Standardı<sup>1</sup> ile uyumlu olarak atanmış değer belirsizliği ( $u(X_{pt})$ ) dikkate alınarak, performans z-skoru ya da z' skoru cinsinden ifade edilmiştir. Hidroksimetilfurfural (HMF) için atanmış değer belirsizliği ( $u(X_{pt})$ ), yeterlilik standart sapmasına ( $\sigma_{pt}$ ) oranla ihmal edilecek kadar küçük ( $u(X_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$ ) olduğundan, performans değerlendirmesinde atanmış değer belirsizliği performans skoru (z skoru) hesabına dahil edilmemiştir.

$$z = \frac{X_i - X_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

$X_i$ : Katılımcı sonucu

$X_{pt}$ : Atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : Yeterlilik standart sapması

Naftalin parametresi için atanmış değer belirsizliği ( $u(X_{pt})$ ), yeterlilik testi standart sapmasına ( $\sigma_{pt}$ ) oranla ihmal edilemeyecek kadar büyük olduğundan ( $0,3\sigma_{pt} < u(X_{pt}) < 0,7\sigma_{pt}$ ) aşağıdaki formüle göre atanmış değer belirsizliğini de içeren z' skoru hesaplanmıştır.

$$z' = \frac{(X_i - X_{pt})}{\sqrt{[\sigma_{pt}^2 + u^2(X_{pt})]}}$$

$X_i$ : Katılımcı sonucu

$X_{pt}$ : Atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : Yeterlilik standart sapması

$u(X_{pt})$ : Atanmış değer belirsizliği

z-skoru ya da z' skoru , yeterlilik testi standart sapması ile katılımcı sonuçlarının atanmış değerden sapmalarını kıyaslamaktadır ve aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır.

$|z| \leq 2$  ya da  $|z'| \leq 2$  Uygun

$|z| > 2$  ya da  $|z'| > 2$  Uygun Değil

#### 5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları, uygun ( $|z| \leq 2$  ya da  $|z'| \leq 2$  aralığında yer alan) ve uygun olmayan ( $|z| > 2$  ya da  $|z'| > 2$  aralığında yer alan) skorların sayısı Tablo 4'te verilmektedir. Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU' aracılığı ile bildirdikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 5'te özetlenmektedir. Katılımcı z-skorları ayrıca Şekil 1 (Hidroksimetilfurfural (HMF)), Şekil 2 (Naftalin)'de histogram ile gösterilmektedir.

**Tablo 4.** Özet istatistik değerlendirmesi, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları, uygun ve uygun olmayan z-skoru sayıları

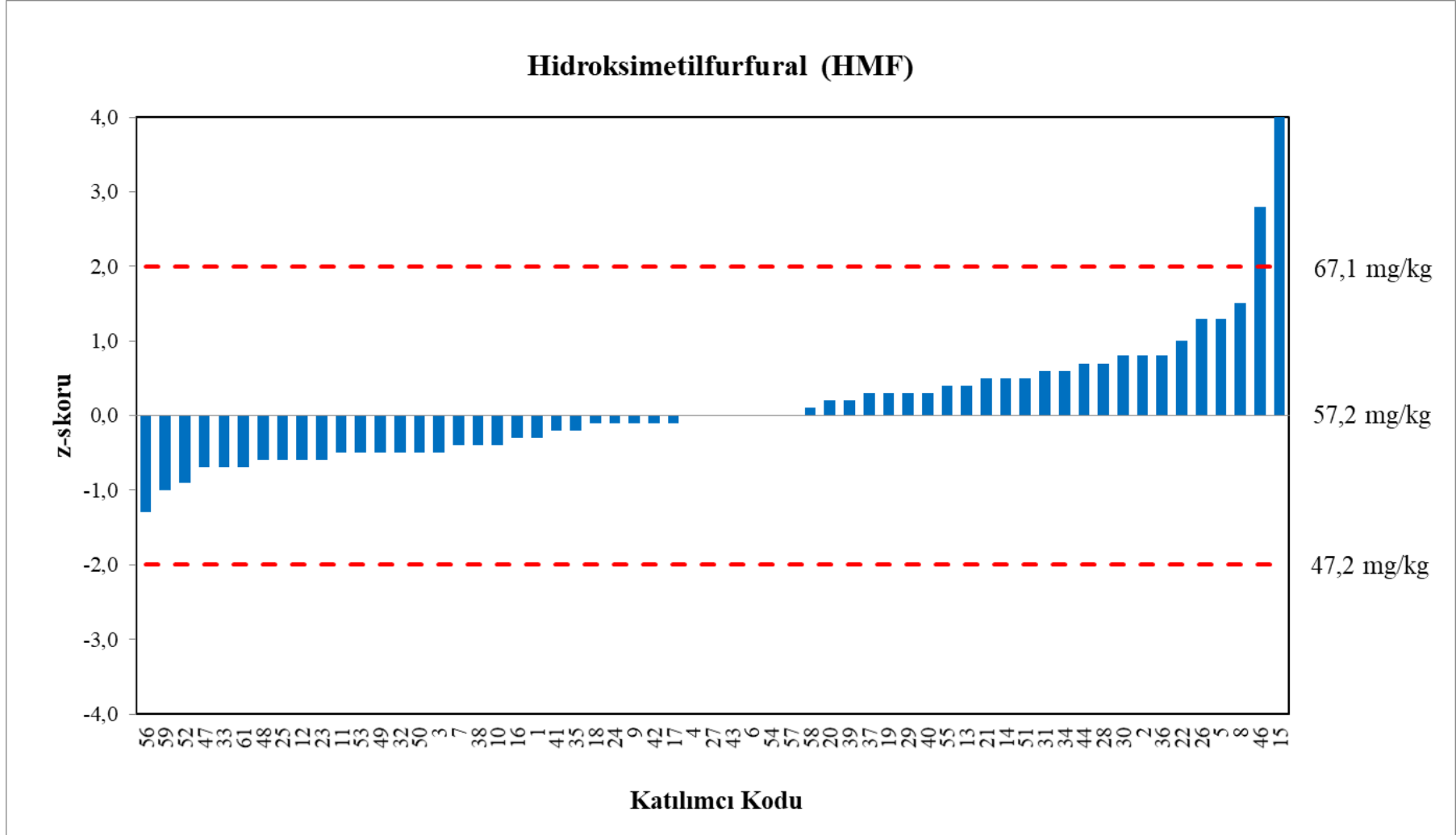
| Analitler                                     | Hidroksimetilfurfural (HMF)<br>(mg/kg) | Naftalin<br>(µg/kg) |
|-----------------------------------------------|----------------------------------------|---------------------|
| Sonuç sayısı                                  | 59                                     | 12                  |
| Sonuç aralığı                                 | 50,7-105,54                            | 53,49-522,34        |
| Sonuçların ortalaması                         | 58,3                                   | 122,2               |
| Sonuçların ortancası                          | 57,2                                   | 90,3                |
| Atanmış değer ( $X_{pt}$ )                    | <b>57,2</b>                            | <b>85,3</b>         |
| Belirsizlik ( $u(X_{pt})$ )                   | 0,53                                   | 7,05                |
| YT standart sapması ( $\sigma_{pt}$ )         | <b>4,97</b>                            | <b>18,77</b>        |
| $ z  \leq 2$ ya da $ z'  \leq 2$ sonuç sayısı | 57                                     | 11                  |
| $ z  > 2$ ya da $ z'  > 2$ sonuç sayısı       | 2                                      | 1                   |

**Tablo 5.** Katılımcı sonuçları ve z-skorları ( $|z| > 2$  ya da  $|z'| > 2$  aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

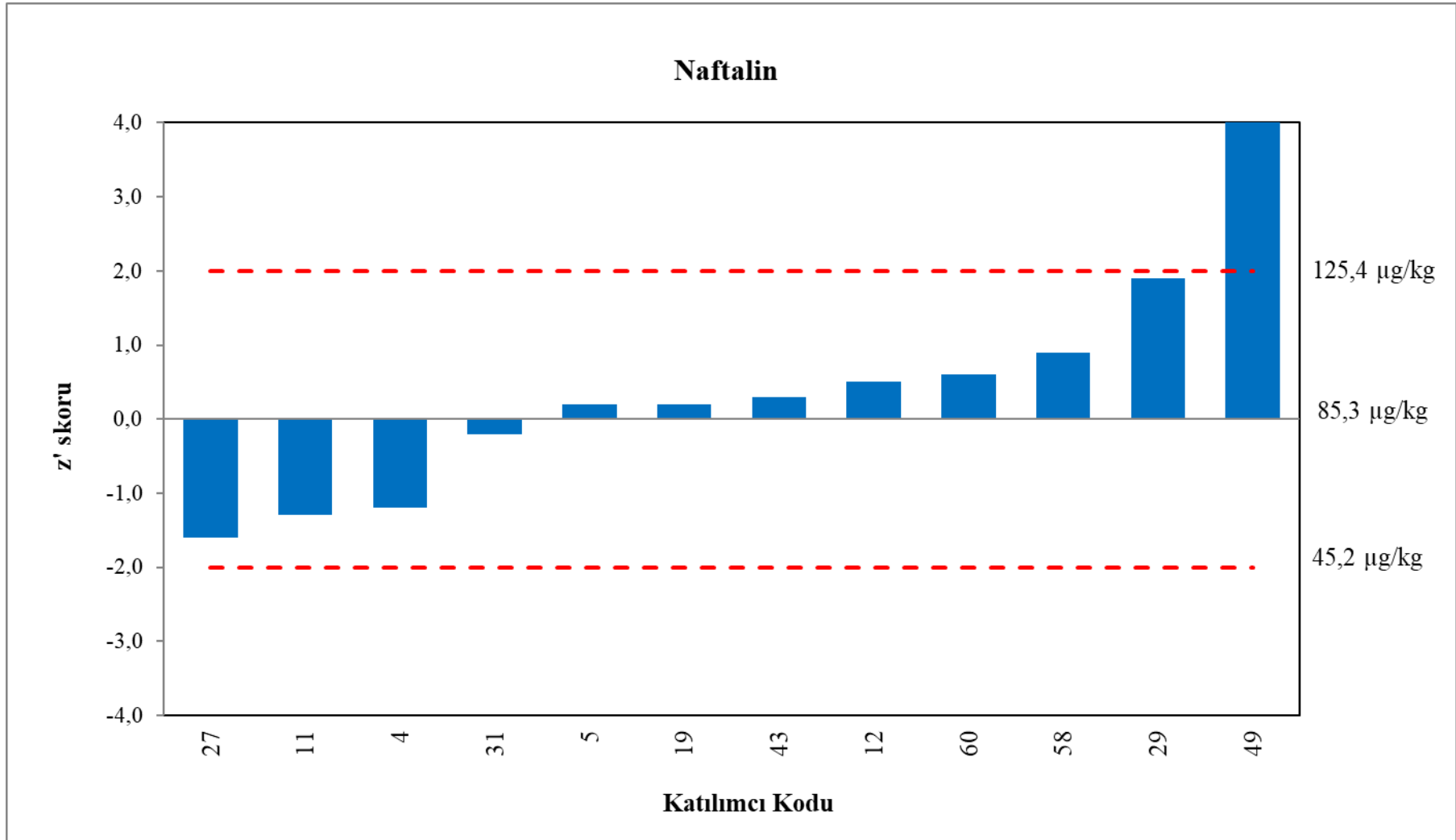
| LAB<br>KODU | HMF              |                            |                |             | Naftalin         |                            |                |             |
|-------------|------------------|----------------------------|----------------|-------------|------------------|----------------------------|----------------|-------------|
|             | Atanmış Değer    |                            | 57,2 mg/kg     |             | Atanmış Değer    |                            | 85,3 mg/kg     |             |
|             | Sonuç<br>(mg/kg) | Kullanılan<br>Cihaz/Teknik | LOQ<br>(mg/kg) | z-<br>skoru | Sonuç<br>(µg/kg) | Kullanılan<br>Cihaz/Teknik | LOQ<br>(µg/kg) | z'<br>skoru |
| 1           | 55,9             | HPLC                       | 5              | -0,3        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 2           | 61,11            | HPLC                       | 0,92           | 0,8         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 3           | 54,84            | Spektrofotometre           | 0,05           | -0,5        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 4           | 57               | HPLC                       | 1              | 0,0         | 62               | GC/MS                      | 1              | -1,2        |
| 5           | 63,49            | HPLC                       | 0,25           | 1,3         | 88,7             | Headspace- GC/MS           | 5              | 0,2         |
| 6           | 57,3             | HPLC                       | 0,25           | 0,0         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 7           | 55,12            | HPLC                       | 0,067          | -0,4        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 8           | 64,63            | HPLC                       | 1,69           | 1,5         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 9           | 56,6             | HPLC                       | 6,23           | -0,1        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 10          | 55,4             | HPLC                       | 2,46           | -0,4        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 11          | 54,45            | HPLC                       | 2,63           | -0,5        | 58,84            | SPME-GC/MS                 | 2              | -1,3        |
| 12          | 54,08            | HPLC                       | 3,5            | -0,6        | 95               | Headspace- GC/MS           | 2              | 0,5         |
| 13          | 59,23            | HPLC                       | 5              | 0,4         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 14          | 59,53            | HPLC                       | 0,6            | 0,5         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 15          | 105,54           | HPLC                       | 4,1            | 9,7         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 16          | 55,5             | HPLC                       | 10             | -0,3        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 17          | 56,73            | HPLC                       | 5              | -0,1        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 18          | 56,53            | HPLC                       | 1              | -0,1        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 19          | 58,6             | HPLC                       | 3              | 0,3         | 89,7             | Headspace- GC/MS           | 5              | 0,2         |
| 20          | 58,24            | HPLC                       | 20             | 0,2         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 21          | 59,43            | HPLC                       | 0,1            | 0,5         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 22          | 62               | HPLC                       | 5              | 1,0         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 23          | 54,24            | Spektrofotometre           | 1,02           | -0,6        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 24          | 56,59            | HPLC                       | 0,0047         | -0,1        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 25          | 54,02            | Spektrofotometre           | 0,2            | -0,6        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 26          | 63,4             | Spektrofotometre           | 4              | 1,3         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 27          | 57,188           | HPLC                       | 2,046          | 0,0         | 53,49            | Headspace- GC/MS           | 5              | -1,6        |
| 28          | 60,65            | HPLC                       | 20             | 0,7         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 29          | 58,7             | HPLC                       | 0,9            | 0,3         | 123              | Headspace- GC/MS           | 2              | 1,9         |
| 30          | 60,96            | HPLC                       | 3,54           | 0,8         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 31          | 60               | HPLC                       | 1              | 0,6         | 82               | Headspace- GC/MS           | 1              | -0,2        |
| 32          | 54,69            | HPLC                       | 1              | -0,5        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 33          | 53,92            | HPLC                       | 3              | -0,7        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 34          | 60,08            | HPLC                       | 6,73           | 0,6         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 35          | 56,15            | Spektrofotometre           |                | -0,2        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 36          | 61,17            | HPLC                       | 1,97           | 0,8         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 37          | 58,48            | HPLC                       | 1              | 0,3         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 38          | 55,22            | HPLC                       | 0,089          | -0,4        | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 39          | 58,4             | HPLC                       | 11,8           | 0,2         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |
| 40          | 58,73            | HPLC                       | 0,11           | 0,3         | Analiz edilmedi  |                            |                |             |

**Tablo 5.** Katılımcı sonuçları ve z-skorları ( $|z| > 2$  ya da  $|z'| > 2$  aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir) (Devam)

| LAB<br>KODU | HMF                |                            |                |             | Naftalin           |                            |                |             |
|-------------|--------------------|----------------------------|----------------|-------------|--------------------|----------------------------|----------------|-------------|
|             | Atanmış Değer      |                            | 57,2 mg/kg     |             | Atanmış Değer      |                            | 85,3 mg/kg     |             |
|             | Sonuç<br>(mg/kg)   | Kullanılan<br>Cihaz/Teknik | LOQ<br>(mg/kg) | z-<br>skoru | Sonuç<br>(µg/kg)   | Kullanılan<br>Cihaz/Teknik | LOQ<br>(µg/kg) | z'<br>skoru |
| 41          | 55,95              | HPLC                       | 1              | -0,2        | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 42          | 56,67              | HPLC                       | 5              | -0,1        | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 43          | 57,29              | HPLC                       | 6,08           | 0,0         | 90,8               | GC/MS                      | 5,89           | 0,3         |
| 44          | 60,55              | HPLC                       | 2,47           | 0,7         | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 45          | Sonuç Bildirilmedi |                            |                |             | Sonuç Bildirilmedi |                            |                |             |
| 46          | 71,18              | Spektrofotometre           | 4              | 2,8         | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 47          | 53,6               | Spektrofotometre           | 3,43           | -0,7        | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 48          | 53,95              | HPLC                       | 2              | -0,6        | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 49          | 54,61              | HPLC                       | 2,5            | -0,5        | 522,34             | Headspace- GC/MS           | 10             | 21,8        |
| 50          | 54,79              | HPLC                       | 2,5            | -0,5        | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 51          | 59,71              | HPLC                       | 5              | 0,5         | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 52          | 52,9               | HPLC                       | 0,8            | -0,9        | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 53          | 54,54              | Spektrofotometre           | 7,54           | -0,5        | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 54          | 57,35              | HPLC                       | 1              | 0,0         | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 55          | 59,13              | HPLC                       | 0,3            | 0,4         | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 56          | 50,7               | HPLC                       | 0,97           | -1,3        | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 57          | 57,4               | HPLC                       | 3,6            | 0,0         | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 58          | 57,75              | HPLC                       | 0,5            | 0,1         | 104                | Headspace- GC/MS           | 2              | 0,9         |
| 59          | 52,22              | Spektrofotometre           |                | -1,0        | Analiz edilmedi    |                            |                |             |
| 60          | Analiz edilmedi    |                            |                |             | 97                 | Headspace- GC/MS           | 2,5            | 0,6         |
| 61          | 53,92              | HPLC                       | 0,3            | -0,7        | Analiz edilmedi    |                            |                |             |



Şekil 1. Hidroksimetilfurfural (HMF) için z-Skorları Histogramı



Şekil 2. Naftalin için z-Skorları Histogramı

**6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ**

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 6’da sunulmaktadır.

**Tablo 6.** Katılımcı analiz bilgileri**HMF**

| Kullanılan cihaz/teknik:                     | Laboratuvar Kodu                                                                                                                                               |
|----------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| HPLC                                         | 01 02 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14<br>15 16 17 18 19 20 21 22 24 27 28 29 30<br>31 32 33 34 36 37 38 39 40 41 42 43 44<br>48 49 50 51 52 54 55 56 57 58 61 |
| Spektrofotometre                             | 03 23 25 26 35 46 47 53 59                                                                                                                                     |
| HPLC ANALİZLERİ İÇİN:                        |                                                                                                                                                                |
| Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot): | Laboratuvar Kodu                                                                                                                                               |
| IHC Harmonized Method                        | 01 04 07 08 09 10 11 13 16 17 18 19 20<br>21 22 24 28 29 31 32 36 37 39 40 43 44<br>48 50 52 55 56 57 58 61                                                    |
| TS 13356                                     | 14 15 38                                                                                                                                                       |
| İşletme içi Metot                            | 05 33 34 49                                                                                                                                                    |
| Journal Of AOAC nt. Vol. 76 No 2, 268-274    | 27 30                                                                                                                                                          |
| IFU Analysis No:69, IHC P:26-28              | 06                                                                                                                                                             |
| TS 6178 ISO 7466, IHC Bölüm 5.1              | 42                                                                                                                                                             |
| Bildirilmedi                                 | 02 12 41 51 54                                                                                                                                                 |
| Kullanılan Metot Akredite mi?                | Laboratuvar Kodu                                                                                                                                               |
| Evet                                         | 01 04 05 08 10 11 12 13 14 16 17 18 21<br>22 27 29 31 34 37 39 42 43 44 49 50 55<br>56 57 58                                                                   |
| Hayır                                        | 02 06 07 09 15 19 20 24 28 30 32 33 36<br>38 40 41 48 51 52 54 61                                                                                              |
| Alınan numune miktarı (g ya da ml):          | Laboratuvar Kodu                                                                                                                                               |
| ≥1-<2                                        | 29 32 38 44                                                                                                                                                    |
| ≥2-<5                                        | 12 14 19 20 31 42 43 48 49 54 58                                                                                                                               |
| ≥5-<10                                       | 02 06 08 13 16 21 30 33 36 37 39 40 56<br>57                                                                                                                   |
| ≥10                                          | 01 03 04 05 07 10 11 15 17 18 22 24<br>27 28 34 41 50 51 52 55 61                                                                                              |



| HPLC öncesi ekstraksiyon yöntemi: | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
|-----------------------------------|------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| Su ekstraksiyonu                  | 01               | 02 | 04 | 05 | 06 | 07 | 09 | 10 | 11 | 12 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 |
|                                   | 20               | 21 | 22 | 24 | 27 | 28 | 29 | 31 | 32 | 33 | 34 | 36 | 37 | 38 | 39 | 41 |
|                                   | 42               | 43 | 44 | 48 | 49 | 50 | 51 | 52 | 54 | 55 | 56 | 57 | 58 | 61 |    |    |
| Solvent ekstraksiyonu             | 08               | 13 | 30 | 40 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Ekstraksiyon solvent bileşenleri: | Laboratuvar kodu |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Su                                | 01               | 02 | 04 | 05 | 06 | 07 | 08 | 9  | 11 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 |
|                                   | 21               | 22 | 24 | 27 | 28 | 31 | 32 | 33 | 34 | 36 | 37 | 38 | 39 | 41 | 42 | 43 |
|                                   | 48               | 49 | 50 | 51 | 55 | 56 | 57 | 58 | 61 |    |    |    |    |    |    |    |
| Metanol:Su                        | 13               | 29 | 40 | 44 | 52 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Asetonitril:Su                    | 30               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Asetonitril(%10)                  | 12               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Bildirilmedi                      | 10               | 54 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Carrez durultması uygulandı mı?   | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Evet                              | 01               | 06 | 08 | 09 | 12 | 14 | 15 | 17 | 21 | 28 | 34 | 36 | 51 | 58 |    |    |
| Hayır                             | 02               | 04 | 05 | 07 | 10 | 11 | 13 | 16 | 18 | 19 | 20 | 22 | 24 | 27 | 29 | 30 |
|                                   | 31               | 32 | 33 | 37 | 38 | 39 | 40 | 41 | 42 | 43 | 44 | 48 | 49 | 50 | 52 | 54 |
|                                   | 55               | 56 | 57 | 61 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| İç standart kullanıldı mı?        | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Evet                              | 29               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Hayır                             | 01               | 04 | 05 | 06 | 07 | 08 | 09 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 |
|                                   | 19               | 20 | 21 | 22 | 24 | 27 | 28 | 30 | 31 | 32 | 33 | 34 | 36 | 37 | 38 | 39 |
|                                   | 40               | 41 | 42 | 43 | 44 | 48 | 49 | 50 | 51 | 52 | 54 | 55 | 56 | 57 | 58 | 61 |
| Bildirilmedi                      | 02               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Kolon dolgu materyali:            | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| C18                               | 01               | 02 | 05 | 06 | 07 | 08 | 09 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 |
|                                   | 19               | 20 | 21 | 22 | 24 | 27 | 28 | 29 | 30 | 31 | 32 | 33 | 34 | 36 | 37 | 38 |
|                                   | 39               | 40 | 41 | 42 | 43 | 44 | 48 | 49 | 50 | 51 | 52 | 54 | 55 | 56 | 57 | 58 |
|                                   | 61               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |
| Bildirilmedi                      | 04               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |

| Enjeksiyon hacmi (µl):                  | Laboratuvar Kodu                                                                                                                                                  |
|-----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <5                                      | 24                                                                                                                                                                |
| ≥5-<10                                  | 49                                                                                                                                                                |
| ≥10-<25                                 | 01 02 04 05 06 07 08 09 11 12 13 15 17<br>18 19 20 22 27 28 29 30 31 32 33 34 36<br>37 38 39 40 41 42 43 44 48 51 52 54 55<br>56 57 58                            |
| ≥25-<50                                 | 10 50                                                                                                                                                             |
| ≥50-<100                                | 14 16                                                                                                                                                             |
| ≥100                                    | 21                                                                                                                                                                |
| Bildirilmedi                            | 61                                                                                                                                                                |
| Kolon sıcaklığı (°C):                   | Laboratuvar Kodu                                                                                                                                                  |
| ≥20-<50                                 | 01 02 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14<br>15 16 17 18 19 20 21 22 24 27 28 29 30<br>31 32 33 34 36 37 38 39 40 41 42 43 44<br>48 49 50 51 52 54 55 56 57<br>58 61 |
| Mobil faz bileşenleri:                  | Laboratuvar Kodu                                                                                                                                                  |
| Metanol:Su                              | 01 02 05 06 07 08 09 11 13 15 16 17 18<br>20 21 22 24 28 29 32 33 36 37 38 39 40<br>41 43 44 48 49 50 51 52 54 55 57                                              |
| Asetonitril:Su                          | 04 12 19 27 34                                                                                                                                                    |
| Su                                      | 61 31                                                                                                                                                             |
| Metanol                                 | 10 42                                                                                                                                                             |
| Disodyum hidrojen fosfat tamponu        | 14                                                                                                                                                                |
| Metanol:asetonitril                     | 56                                                                                                                                                                |
| ACN+KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> +su | 30                                                                                                                                                                |
| Asetonitril:Su:Formik Asit              | 58                                                                                                                                                                |
| Mobil faz izokratik mi?                 | Laboratuvar Kodu                                                                                                                                                  |
| Evet                                    | 01 02 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14<br>15 16 17 18 19 20 21 22 27 28 30 31 32<br>33 34 36 37 38 39 40 41 42 43 48 49 50<br>51 52 54 57 58 61                   |
| Hayır                                   | 24 29 44 55 56                                                                                                                                                    |

| Kullanılan standart markası: | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |
|------------------------------|------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--|--|--|
| Sigma/Aldrich                | 07               | 09 | 11 | 12 | 13 | 15 | 19 | 20 | 22 | 24 | 27 | 30 | 37 |  |  |  |
|                              | 39               | 40 | 44 | 56 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |
| Dr. Ehrenstorfer             | 06               | 18 | 29 | 32 | 38 | 49 | 50 | 51 | 55 | 61 |    |    |    |  |  |  |
| Merck                        | 01               | 04 | 10 | 28 | 31 | 33 | 41 | 43 | 57 |    |    |    |    |  |  |  |
| HPC                          | 05               | 08 | 14 | 36 | 42 | 52 |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |
| CPA Chem                     | 34               | 48 | 58 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |
| Cayman                       | 16               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |
| abcr GmbH                    | 54               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |
| Lab. Instruments             | 21               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |
| Belirtilmedi                 | 02               | 17 |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |

| Geri kazanım düzeltmesi yapıldı mı? | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |
|-------------------------------------|------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--|--|--|
| Evet                                | 09               | 12 | 28 | 33 | 43 | 48 | 50 | 54 | 55 | 56 |    |    |    |  |  |  |
| Hayır                               | 01               | 02 | 04 | 05 | 06 | 07 | 08 | 10 | 11 | 13 | 14 | 15 | 16 |  |  |  |
|                                     | 17               | 18 | 19 | 20 | 21 | 22 | 24 | 27 | 29 | 30 | 31 | 32 | 34 |  |  |  |
|                                     | 36               | 37 | 38 | 39 | 40 | 41 | 42 | 44 | 49 | 51 | 52 | 57 | 58 |  |  |  |
|                                     | 61               |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |    |  |  |  |

## SPEKTROFOTOMETRE ANALİZLERİ İÇİN:

| Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metot):  | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|-----------------------------------------------|------------------|----|----|----|----|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|--|
| IHC, Winkler                                  | 26               | 35 | 47 | 59 |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| IHC, White                                    | 03               | 23 | 25 | 53 |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Bildirilmedi                                  | 46               |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Kullanılan Metot Akredite mi?                 | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Evet                                          | 25               | 46 | 47 | 56 | 59 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Hayır                                         | 03               | 23 | 35 | 53 |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Analize alınan numune miktarı (g ):           | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ≥5-<10                                        | 03               | 23 | 25 | 46 | 53 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| ≥10                                           | 26               | 35 | 47 | 59 |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Absorbans ölçümü öncesi ekstraksiyon yöntemi: | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Su ekstraksiyonu                              | 03               | 23 | 25 | 47 | 53 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Solvent ekstraksiyonu                         | 35               |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Bildirilmedi                                  | 26               | 46 | 59 |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Dalga boyu (nm):                              | Laboratuvar Kodu |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 284-336                                       | 3                | 23 | 25 | 53 |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 550                                           | 26               | 35 | 46 |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 0,272                                         | 59               |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Belirtilmedi                                  | 47               |    |    |    |    |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

| Kullanılan standart markası:          | Laboratuvar Kodu        |
|---------------------------------------|-------------------------|
| Merck                                 | 25 46 47                |
| Sigma/Aldrich                         | 03                      |
| Tekkim                                | 23                      |
| Bildirilmedi                          | 26 35 53 59             |
| Geri kazanım düzeltilmesi yapıldı mı? | Laboratuvar Kodu        |
| Hayır                                 | 03 23 25 26 35 46 47 53 |
| Bildirilmedi                          | 59                      |

**NAFTALİN**

| Kullanılan Metodun Kaynağı (Referans Metod):               | Laboratuvar Kodu                 |
|------------------------------------------------------------|----------------------------------|
| Journal of ApiProduct & ApiMedical                         | 05 12 27 49                      |
| Analytical Sciences, 2009, Vol:25, 1301- 1305              | 29 58                            |
| İşletme İçi Metod                                          | 43 60                            |
| KSU J.Agric. Nat. 27(5), 1098-1104, 2024                   | 19                               |
| Journal of Chromatography A, 829 (1998) 269-277 (Modifiye) | 11                               |
| Journal of Chr.A, 1083                                     | 04 31                            |
| Kullanılan Metod Akredite mi?                              | Laboratuvar Kodu                 |
| Evet                                                       | 04 05 29 31 58 60                |
| Hayır                                                      | 11 12 19 27 43 49                |
| Kullanılan cihaz/teknik:                                   | Laboratuvar Kodu                 |
| Headspace-GC/MS                                            | 05 12 19 27 29 31 49 58 60       |
| GC/MS                                                      | 04 43                            |
| SPME-GC/MS                                                 | 11                               |
| Analize alınan numune miktarı (g):                         | Laboratuvar Kodu                 |
| ≥1-<2                                                      | 11 12 19 27 29 43 49 58          |
| ≥2-<5                                                      | 31                               |
| ≥5-<10                                                     | 04 60                            |
| ≥10                                                        | 05                               |
| Ekstraksiyon yöntemi:                                      | Laboratuvar Kodu                 |
| Su ekstraksiyonu                                           | 04 05 12 19 27 29 31 43 49 58    |
| Bildirilmedi                                               | 11 60                            |
| Ekstraksiyon solventi bileşenleri:                         | Laboratuvar Kodu                 |
| Su                                                         | 04 05 11 12 19 27 29 31 43 49 58 |
| Bildirilmedi                                               | 60                               |

| Numune saflaştırma (temizleme) yöntemi:  | Laboratuvar Kodu             |
|------------------------------------------|------------------------------|
| Headspace                                | 04 12 29 31 58               |
| SPME                                     | 43                           |
| Yok                                      | 05 11 19 27 49 60            |
| GC kolon dolgu materyali:                | Laboratuvar Kodu             |
| % 95 methyl- % 5 phenyl polysiloxane     | 04 11 19 27 29 31 58 60      |
| 5 % Diphenyl - 95 % Dimethylpolysiloxane | 12                           |
| % 65 methyl- % 35 phenyl polysiloxane    | 5                            |
| WAXMS                                    | 49                           |
| Bildirilmedi                             | 43                           |
| GC enjeksiyon hacmi (µL):                | Laboratuvar Kodu             |
| <5                                       | 29 31 58                     |
| ≥5-<10                                   | 12 60                        |
| ≥100                                     | 04 05 19 27 49               |
| Bildirilmedi                             | 11 43                        |
| GC-Kolon sıcaklığı (°C):                 | Laboratuvar Kodu             |
| Gradient                                 | 04 12 19 27 31 49 58 60      |
| Sabit (250 °C altı)                      | 05 29                        |
| Belirtilmedi                             | 11 43                        |
| Kullanılan standartların markası:        | Laboratuvar Kodu             |
| Dr.Ehrenstorfer                          | 05 11 12 29 58               |
| Sigma/Aldrich                            | 27 43 60                     |
| HPC                                      | 19 49                        |
| CPA                                      | 31                           |
| Bildirilmedi                             | 04                           |
| Geri kazanım düzeltmesi yapıldı mı?      | Laboratuvar Kodu             |
| Evet                                     | 5 27                         |
| Hayır                                    | 4 11 12 19 29 31 43 49 58 60 |

## 7. GÖZLEMLER

Toplam 61 katılımcı laboratuvar ile gerçekleştirilen “KOB014 Balda Hidroksimetilfurfural (HMF) ve Naftalin Analizi Yeterlilik Testi Çevrimi”nde hidroksimetilfurfural (HMF) parametresi için 59, naftalin parametresi için 12 katılımcı tarafından sonuç bildirilmiştir. Yeterlilik testi sonuçlarına göre; uygun performans ( $|z| \leq 2$ ) oranları hidroksimetilfurfural (HMF) için % 97, naftalin için % 92’dir.

HMF analizinde hem kromatografik, hem spektrofotometrik yöntem kullanıldığı görülmektedir. 59 katılımcının 50’si analizi HPLC ile, 9’u ise spektrofotometre ile gerçekleştirmektedir. Sonuçlar bir arada değerlendirildiğinde farklı tekniklerden kaynaklanan herhangi bir ayrışma görülmemektedir. Sonuçlar uyumlu olduğundan tüm veriler bir arada değerlendirilmiştir. Katılımcıların % 58’inin analizde akredite olduğu görülmektedir.

Naftalin parametresi için 12 katılımcının 11 tanesi uygun z-skoru aralığında sonuç üretirken 1 tanesi uygun olmayan z-skoru almıştır. Analizde kullanılan iki temel cihaz/teknik vardır: Headspace-GC/MS ve SPME-GC/MS. Katılımcıların büyük kısmının Headspace-GC/MS metodunu kullandıkları görülmektedir. 12 katılımcının 6’sı (% 50) analizde akredite olduğunu bildirmiştir.

## 8. REFERANSLAR

- (1) ISO 13528:2022 “Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons”.
- (2) 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.