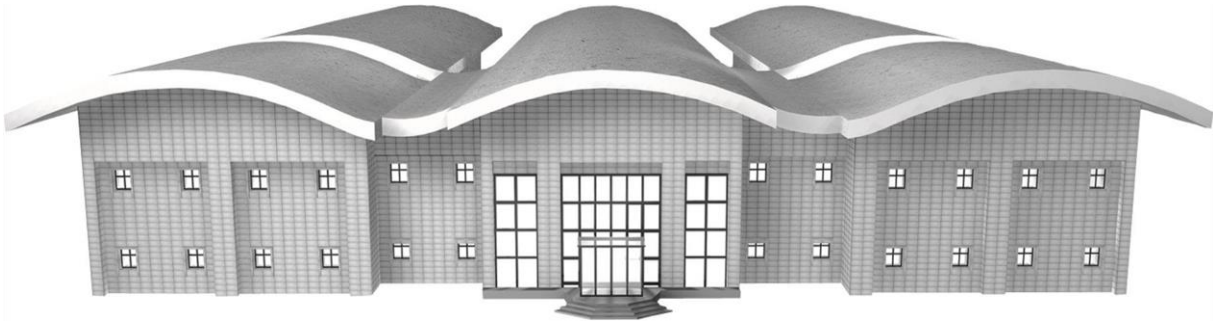




T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



AB-0015-YT
UGRL-YT Raporu MİN016
12-24



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

Liyofilize Balık Eti Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As), Civa (Hg)* Analizi

**UGRL YT Raporu- MİN016
EKİM-ARALIK 2024**

*Civa (Hg) elementi TS EN ISO/IEC 17043 akreditasyon kapsamında değildir.

GENEL BİLGİLER

YT Çevrim Kodu ve Adı: MİN016 Liyofilize Balık Eti Pb (Kurşun), Cd (Kadmiyum), Arsenik (As), Civa (Hg) Analizi

Test Materyali Gönderim Tarihi: 08/10/2024

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 07/11/2024

Rapor Yayın Tarihi: 06/12/2024

Raporu Hazırlayan(lar): Dr. Kazım SEZER
Mineral Madde Bölümü Dr. Y.Özlem ALİFAKI
Mineral Madde Bölümü

Çevrim Koordinatörü: Dr. Kazım SEZER
Mineral Madde Bölümü

YT Koordinatörü: Dr. Kazım SEZER
Yeterlilik Testi Bölümü V.

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	5
1. GİRİŞ	6
2. GİZLİLİK.....	6
3. TEST MATERYALİ	7
3.1. Hazırlama	7
3.2. Homojenlik ve Kararlılık.....	7
3.3. Dağıtım.....	8
4. SONUÇLAR.....	9
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ	9
5.1. Atanmış Değer.....	9
5.2. Yeterlilik Standart Sapması.....	10
5.3. Performans Değerlendirme.....	10
5.3.1. z-Skoru.....	10
5.3.2. zeta-Skoru.....	10
5.4. Katılımcı sonuçları ve Skorlar.....	11
5.4.1. Katılımcı z-Skorları.....	12
5.4.2. Katılımcı zeta-Skorları.....	24
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	37
7. GÖZLEMLER.....	43
8. REFERANSLAR.....	44

TABLolar

Tablo 1. Liyofilize balık eti Pb, Cd, As, Hg analizi yeterlilik testi sonuçları özeti.....	5
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme	7
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme.....	8
Tablo 4. Her bir element için özet istatistik değerlendirmesi.....	12
Tablo 5. $ z \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	12
Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorları.....	13
Tablo 7. Kurşun (Pb) zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	24
Tablo 8. Kadmiyum (Cd) zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	27
Tablo 9. Arsenik (As) zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	29
Tablo 10. Civa (Hg) zeta-skorları ve ölçüm belirsizliği değerlendirmeleri.....	32
Tablo 11. Katılımcı yorumları.....	36
Tablo 12. Analiz bilgileri özet grafikleri Kurşun (Pb)	37

Tablo 13. Analiz bilgileri özet grafikleri Kadmiyum (Cd)	38
Tablo 14. Analiz bilgileri özet grafikleri Arsenik (As)	40
Tablo 15. Analiz bilgileri özet grafikleri Civa (Hg).....	41

ŞEKİLLER

Şekil 1. Kurşun (Pb) z-skorları histogramı.....	16
Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorları histogramı.....	17
Şekil 3. Arsenik (As) z-skorları histogramı.....	18
Şekil 4. Civa (Hg) z-skorları histogramı.....	19
Şekil 5. Kurşun (Pb) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği.....	20
Şekil 6. Kadmiyum (Cd) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği...	21
Şekil 7. Arsenik (As) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği.....	22
Şekil 8. Civa (Hg) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği.....	23

ÖZET

Laboratuvar Müdürlüğümüz (UGRL) tarafından ülkemiz genelinde kamu ve özel laboratuvar olmak üzere altmış sekiz (68) ve on iki (12) yurtdışı olmak üzere toplam seksen (80) laboratuvarın katılımı ile “Liyofilize balık eti Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Civa (Hg)* analizi” yeterlilik test çevrimi düzenlenmiştir.

Çevrim için başvuruda bulunan 80 katılımcıya, 08/10/2024 tarihinde katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 25 g test materyali gönderilmiştir.

Katılımcılardan test materyalinde yer alan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd) ve Arsenik (As), Civa (Hg)* elementlerinin miktarsal olarak sonuçlarını ve ölçüm belirsizliklerini bildirmeleri 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.

MİN016 kodlu “Liyofilize balık eti Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Civa (Hg)* analizi” yeterlilik testi çevrimindeki Pb, Cd ve As elementleri TS EN ISO/IEC 17043 standardı [1] akreditasyonu kapsamında olup Hg elementi akreditasyon kapsamında değildir.

Tablo 1. Liyofilize balık eti Pb, Cd, As, Hg* Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Element	Atanmış değer (x_{pt}) (mg/kg)	Toplam z-skor sayısı	$ z \leq 2$ skor sayısı	% $ z \leq 2$	Toplam zeta-skor sayısı	$ \zeta \leq 2$ skor sayısı	% $ \zeta \leq 2$
Kurşun (Pb)	0,567	75	66	88	73	58	79
Kadmiyum(Cd)	0,429	77	66	86	75	62	83
Arsenik (As)	1,950	67	62	93	65	57	88
Civa (Hg)*	0,338	67	59	88	64	50	78

*Civa (Hg) elementi TS EN ISO/IEC 17043 akreditasyonu kapsamında değildir.

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’ne gizli olarak bildirilmektedir.

3. TEST MATERYALİ

3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanması için piyasadan temin edilen yaklaşık 9,5 kg temizlenmiş deniz alası balığı kullanıldı. Balık etinin üzerine Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Civa (Hg) miktarları için standart çözeltiyle zenginleştirme yapıp iyice karıştırıldı. Ardından liyofilizatör kullanılarak dondurarak kurutma işlemi gerçekleştirilip yaklaşık 2,3 kg % 96 kuru madde değerine sahip toz materyal elde edildi. Daha sonra liyofilize balık eti toz karıştırıcıda karıştırılıp homojen hale getirildi. Liyofilize balık eti yeterlilik test materyali kaplarına en az 25 g olacak şekilde aktararak numaralandırıldı. Ağzı kapatılıp kilitlemiş numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar oda sıcaklığında muhafaza edildi.

3.2. HOMOJENLİK ve KARARLILIK

ISO 13528 Standardı [2] esas alınarak yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 10 numune, iki tekrarlı olarak analiz edildi. Analizler ICP-MS ve Civa Analizörü cihazı ile gerçekleştirildi ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazlarda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edildi. ISO 13528 standardı esas alınarak, homojenlik verileri aykırı değerler açısından Cochran testi ile değerlendirilmiş ve herhangi bir aykırı değer olmadığı tespit edilmiştir. İstatiksel değerlendirme ($s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$) homojenliğin yeterli olduğunu göstermektedir. Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmamıştır. Homojenlik verileri ve istatiksel değerlendirme Tablo 2’de verilmektedir.

Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme

Homojenlik Testi Özeti	Kurşun (Pb) mg/kg	Kadmiyum (Cd) mg/kg	Arsenik (As) mg/kg	Civa (Hg) mg/kg
n	20	20	20	20
Ortalama	0,510	0,438	1,896	0,386
Sdt. Sapma	0,034	0,022	0,1250	0,014
σ_{pt}	0,099	0,078	0,282	0,064
Kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	0,030	0,023	0,085	0,019
s_w (örnek-içi std. sapma)	0,034	0,022	0,125	0,014
s_x (örnek ort. std. sapması)	0,029	0,016	0,072	0,009
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,016	0,004	0	0
DEĞERLENDİRME				
$s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$	GEÇER	GEÇER	GEÇER	GEÇER

Kararlılık çalışması, ISO 13528 Standardı esas alınarak, çevrim süresi boyunca test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre planlandı. Yeterlilik testi çevrimi sonunda iki örnek iki tekrarlı olarak analiz edilerek, elde edilen sonuçların ortalaması y_2 ile homojenlik verileri ortalaması y_1 arasındaki farka bakılmış ve $(|y_1 - y_2| \leq 0,3\sigma_{pt})$ koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir. Kararlılık testleri için yeterlilik test materyalinin homojenlik çalışmasının yapıldığı gün başlangıç zamanı ($t=1$) olarak alındı. Çevrim süresi sonuna kadar oda sıcaklığında muhafaza edilen örnekler (katılımcı son sonuç bildirim tarihinden sonra) analiz edilerek kararlılık testi ($t=2$) verileri ile kararlılık testi tamamlandı. Kararlılık testlerine ait sonuçlar ve istatistiksel değerlendirme $(|y_1 - y_2| \leq 0,3\sigma_{pt})$ Tablo 3’de verilmektedir. Gerçekleştirilen kararlılık testi sonuçları, hazırlanan yeterlilik test materyalinin çevrim süresi sonuna kadar yeterince kararlı olduğunu göstermektedir.

Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve istatistiksel değerlendirme

Parametre	Kurşun (Pb) mg/kg		Kadmiyum (Cd) mg/kg		Arsenik (As) mg/kg		Civa (Hg) mg/kg	
	t1 (kontrol)	t2	t1 (kontrol)	t2	t1 (kontrol)	t2	t1 (kontrol)	t2
Kararlılık Testi Özeti								
Sıcaklık (~ °C)	-	22	-	22	-	22	-	22
Süre (gün)	-	30	-	30	-	30	-	30
n	20	4	20	4	20	4	20	4
Ortalama	0,510	0,506	0,438	0,443	1,896	1,795	0,386	0,383
$ y_1 - y_2 $	-	0,004	-	0,005	-	0,101	-	0,003
$ y_1 - y_2 \leq 0,3\sigma_{pt}$?	-	Geçer	-	Geçer	-	-	-	Geçer
Fark belirsizliği $2\sqrt{u^2(y_1) + u^2(y_2)}$	-	-	-	-	-	0,081	-	-
Genişletilmiş Kabul Ölçütü	-	-	-	-	-	0,166	-	-
$ y_1 - y_2 \leq 0,3\sigma_{pt} + 2\sqrt{u^2(y_1) + u^2(y_2)}$?	-	-	-	-	-	Geçer	-	-

3.3. DAĞITIM

Oda sıcaklığında bulunan liyofilize balık YT materyalleri 08/10/2024 tarihinde havalı zarflara konularak başvuran 80 katılımcıya aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ katılımcılara iletildi.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan liyofilize balık etinde bulunan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Civa (Hg) düzeylerini tespit etmeleri ve sonuca ait genişletilmiş ölçüm belirsizliğini (\pm mg/kg) ($k=2$) hesaplamaları istenmiştir. Elde edilen sonuçların mg/kg olarak ‘**ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMUNA**’ kaydedilerek e-posta ile çevrim koordinatörüne gönderilmesi istenmiştir.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 80 laboratuvarın 78 tanesi sonuç bildirmiştir. 2 laboratuvar cihaz arızası nedeniyle sonuç bildirmemiştir. Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Civa (Hg) elementleri için sırasıyla 69, 71, 64, 61 sonuçtan atanmış değer hesaplanmıştır.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve atanmış değerın standart belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından belirlenen uzlaşı değeri (consensus value) kullanıldı. İletilen sonuçlardan atanmış değeri belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirildi. Kaba hata tespiti, birim hatası tespiti, tanımlayıcı istatistik, normal dağılıma uygunluk (Shapiro-Wilk, Lilliefors K-S testleri) değerlendirmesi yanında görsel inceleme (histogram, noktasal grafik, çekirdek yoğunluk kestirimi vb.) yapıldı. Bu değerlendirmelerin sonrasında tüm sonuçlardan sağlam (robust) ortalama ve sağlam (robust) standart sapma hesaplandı.

5.1. ATANMIŞ DEĞER

Test materyalinde yer alan her bir element için atanmış değeri (x_{pt}) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşı değeri (consensus value) kullanıldı. Katılımcı sonuçları kullanılarak Q/Hampel metoduna göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam (robust) standart sapma hesaplandı [2].

İlgili elemente ilişkin atanmış değeri belirsizliği aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

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

$u(x_{pt})$: atanmış değeri belirsizliği

s^* : sağlam (robust) standart sapma

p : katılımcı sayısı

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi ile hesaplandı.

Konsantrasyonu 120 ppb'den büyük analitler için ise σ_{pt} aşağıdaki eşitlik ile hesaplanmıştır [3].

$$\sigma_{pt} = \frac{0,02c^{0,8495}}{mr}$$

c: konsantrasyon (atanmış değer), boyutsuz kütle oranı cinsinden ifade edilir.

mr: Boyutsuz kütle oranı (örneğin: 1 ppb = 10^{-9} , 1 ppm= 10^{-6} , % = 10^{-2})

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

5.3.1. z-skoru

Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Civa (Hg) elementleri için her bir laboratuvarın performansı ISO 13528 standardı ile uyumlu olarak z-skoru cinsinden ifade edilmiştir.

$$z = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

x_i : katılımcı tarafından bildirilen ölçüm sonucu

x_{pt} : atanmış değer

σ_{pt} : yeterlilik standart sapması

z-skoru yeterlilik testi için kabul edilmiş hedef standart sapma ile katılımcıların atanmış değerden sapmalarını kıyaslamaktadır ve aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [4]:

$$|z| \leq 2,0 \quad \text{Uygun}$$

$$|z| > 2,0 \quad \text{Uygun Değil}$$

5.3.2. zeta-skoru

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

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

x_i : katılımcı tarafından bildirilen ölçüm sonucu

x_{pt} : atanmış değer

$u(x_i)$: katılımcı sonucunun standart belirsizliği

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

Katılımcıların atanmış değerden sapmalarını bildirdikleri ölçüm belirsizliği yardımıyla değerlendiren zeta-skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır [4]:

$$|\zeta| \leq 2,0 \quad \text{Uygun}$$

$$|\zeta| > 2,0 \quad \text{Uygun Değil}$$

Katılımcı sonuçlarına ait ölçüm belirsizliklerinin daha doğru bir şekilde değerlendirilmesi amacıyla zeta-skoru yanında ölçüm belirsizliği hesabının da değerlendirilmesi yapılmaktadır. Bu amaçla katılımcıların sonuçlarına ait standart ölçüm belirsizlikleri rölatif hale dönüştürülmekte ($u_{rel}(x_i)=u(x_i)/x_i$) ve alt sınır olan atanmış değer rölatif belirsizliği ($u_{rel}(x_{pt})=u(x_{pt})/x_{pt}$) ve üst sınır olan rölatif yeterlilik standart sapması ($\sigma_{pt-rel}=\sigma_{pt}/x_{pt}$) ile kıyaslanmaktadır [5]. Buna göre katılımcı sonucuna ait rölatif ölçüm belirsizliği alt sınırdan küçükse belirsizliğin düşük hesaplandığı üst sınırdan büyükse fazla hesaplandığı sonucuna varılır. Alt ve üst sınır aralığında yer alması durumunda ölçüm belirsizliği hesabının gerçekçi olduğu anlaşılır. Bu bilgiler katılımcılar için *bilgilendirme* amaçlı olarak verilmektedir.

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR

MİN016 Liyofilize balık eti Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Civa (Hg) analizi yeterlilik testi için bildirilen sonuçlardan performans değerlendirilmesi yapılmış ve z-skorları hesaplanmıştır. Ölçüm belirsizliği performans değerlendirilmesi de yapılmış olup; zeta-skorları hesaplanmıştır. Hesaplanan zeta-skorları, katılımcılara *bilgilendirme* amaçlı verilmiştir.

5.4.1. Katılımcı z-skorumları

Her bir element için özet istatistik değerdendirilmesi Tablo 4' de, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 5'de verilmektedir. Katılımcıların 'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN016' ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorumları ile birlikte Tablo 6' da özetlenmektedir ve Şekil 1, 2, 3, 4'de histogram ile, katılımcıların ölçüm belirsizliği dağılımı ve elementlere ait çekirdek yoğunluğu kestirimi içeren grafikler Şekil 5, 6, 7, 8'de gösterilmektedir.

Tablo 4. Her bir element için özet istatistik değerdendirilmesi

	Kurşun (Pb)	Kadmiyum (Cd)	Arsenik (As)	Civa (Hg)
Sonuç sayısı	69	71	64	61
Sonuç aralığı (mg/kg)	0,100-0,899	0,090-0,511	0,350-2,257	0,223-0,611
Sonuçların ortancası (mg/kg)	0,570	0,426	1,941	0,341
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	0,558	0,409	1,905	0,347
Atanmış değerd (mg/kg)	0,567	0,429	1,950	0,338
Belirsizlik $u(x_{pt})$ (mg/kg)	0,006	0,004	0,022	0,005
Sağlam Standart sapma (s^*) (mg/kg)	0,042	0,028	0,139	0,031
Y.T std sapma (σ_{pt}) (mg/kg)	0,099	0,078	0,282	0,064
Sağlam RSD %	7,4	6,5	7,1	9,1

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

Element	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z \leq 2$ yüzdesi (%)
Kurşun (Pb)	66	75	% 88
Kadmiyum (Cd)	66	77	% 86
Arsenik (As)	62	67	% 93
Civa (Hg)	59	67	% 88

Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir.)

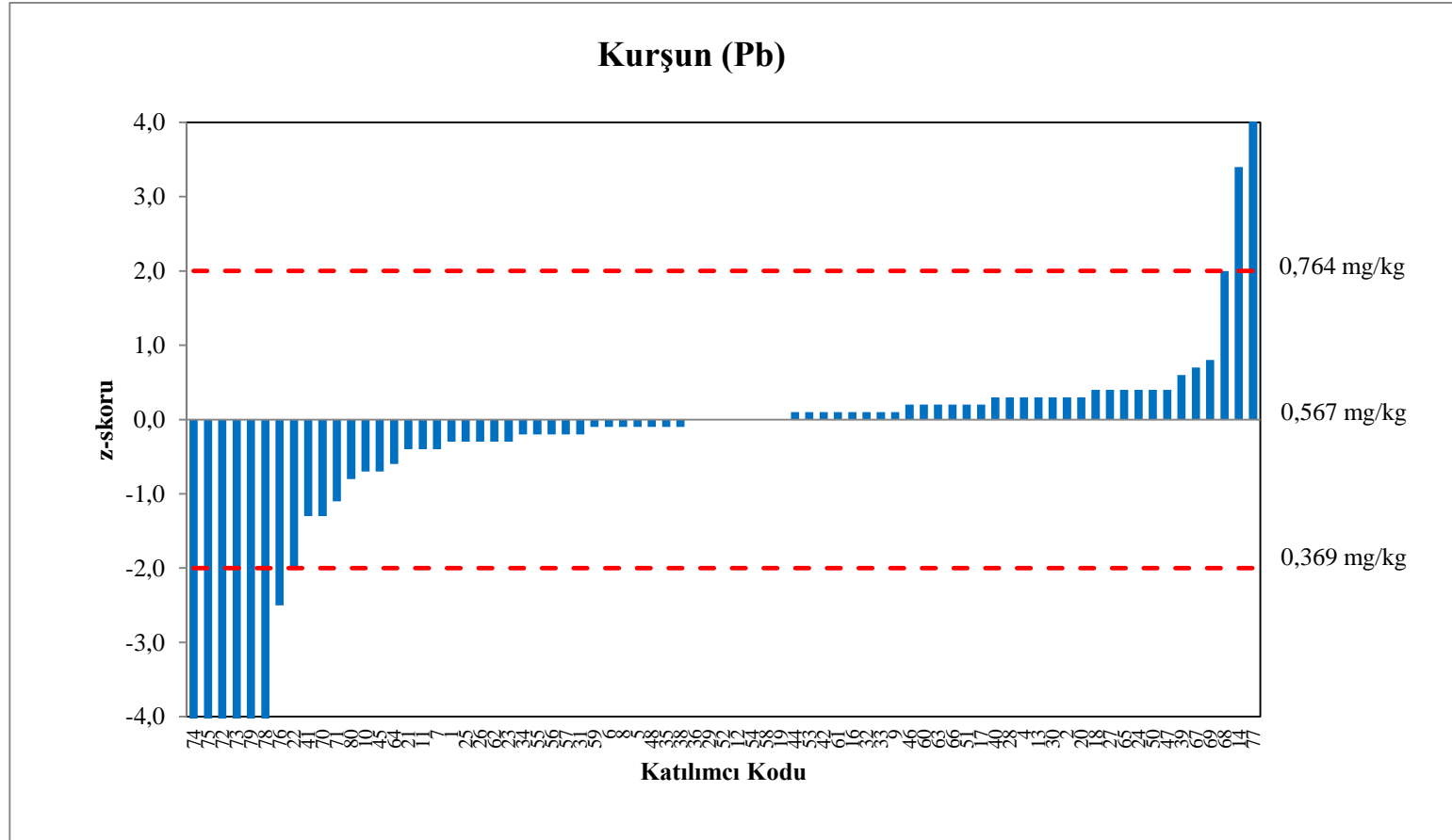
Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)		Civa (Hg)	
	Atanmış Değer	0,567 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,429 (mg/kg)	Atanmış Değer	1,950 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,338 (mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
1	0,535	-0,3	0,372	-0,7	0,984	-3,4	Sonuç Bildirmedi	
2	0,601	0,3	0,44	0,1	1,801	-0,5	0,356	0,3
3	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
4	0,598	0,3	0,424	-0,1	1,9	-0,2	0,341	0,0
5	0,56	-0,1	0,44	0,1	1,97	0,1	0,33	-0,1
6	0,553	-0,1	0,44	0,1	1,897	-0,2	0,32	-0,3
7	0,532	-0,4	0,477	0,6	2,073	0,4	0,354	0,2
8	0,556	-0,1	0,421	-0,1	2,034	0,3	0,367	0,4
9	0,581	0,1	0,411	-0,2	2,011	0,2	0,359	0,3
10	0,5001	-0,7	0,4189	-0,1	1,855	-0,3	0,3013	-0,6
11	0,53	-0,4	0,4	-0,4	1,805	-0,5	0,332	-0,1
12	0,567	0,0	0,43	0,0	1,84	-0,4	0,32	-0,3
13	0,598	0,3	0,439	0,1	1,802	-0,5	0,3326	-0,1
14	0,899	3,4	0,42	-0,1	1,574	-1,3	0,223	-1,8
15	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
16	0,58	0,1	0,43	0,0	1,8	-0,5	0,35	0,2
17	0,591	0,2	0,446	0,2	1,94	0,0	0,377	0,6
18	0,602	0,4	0,47	0,5	2,08	0,5	0,406	1,1
19	0,571	0,0	0,405	-0,3	1,82	-0,5	0,293	-0,7
20	0,601	0,3	0,45	0,3	2,1	0,5	0,35	0,2
21	0,527	-0,4	0,418	-0,1	1,989	0,1	0,361	0,4
22	0,369	-2,0	0,423	-0,1	2,052	0,4	0,606	4,2
23	0,542	-0,3	0,439	0,1	1,81	-0,5	0,341	0,0
24	0,606	0,4	0,431	0,0	2,072	0,4	0,37	0,5
25	0,537	-0,3	0,438	0,1	1,95	0,0	0,35	0,2
26	0,54	-0,3	0,467	0,5	1,9	-0,2	0,351	0,2
27	0,602	0,4	0,411	-0,2	1,954	0,0	0,341	0,0
28	0,593	0,3	0,406	-0,3	1,958	0,0	0,316	-0,4
29	0,564	0,0	0,415	-0,2	1,936	0,0	0,36	0,3
30	0,6	0,3	0,414	-0,2	2,12	0,6	0,276	-1,0
31	0,55	-0,2	0,368	-0,8	2,199	0,9	0,411	1,1
32	0,58	0,1	0,44	0,1	2,037	0,3	0,325	-0,2
33	0,58	0,1	0,471	0,5	2,1	0,5	0,312	-0,4
34	0,547	-0,2	0,426	0,0	1,853	-0,3	0,336	0,0
35	0,561	-0,1	0,43	0,0	1,918	-0,1	0,325	-0,2

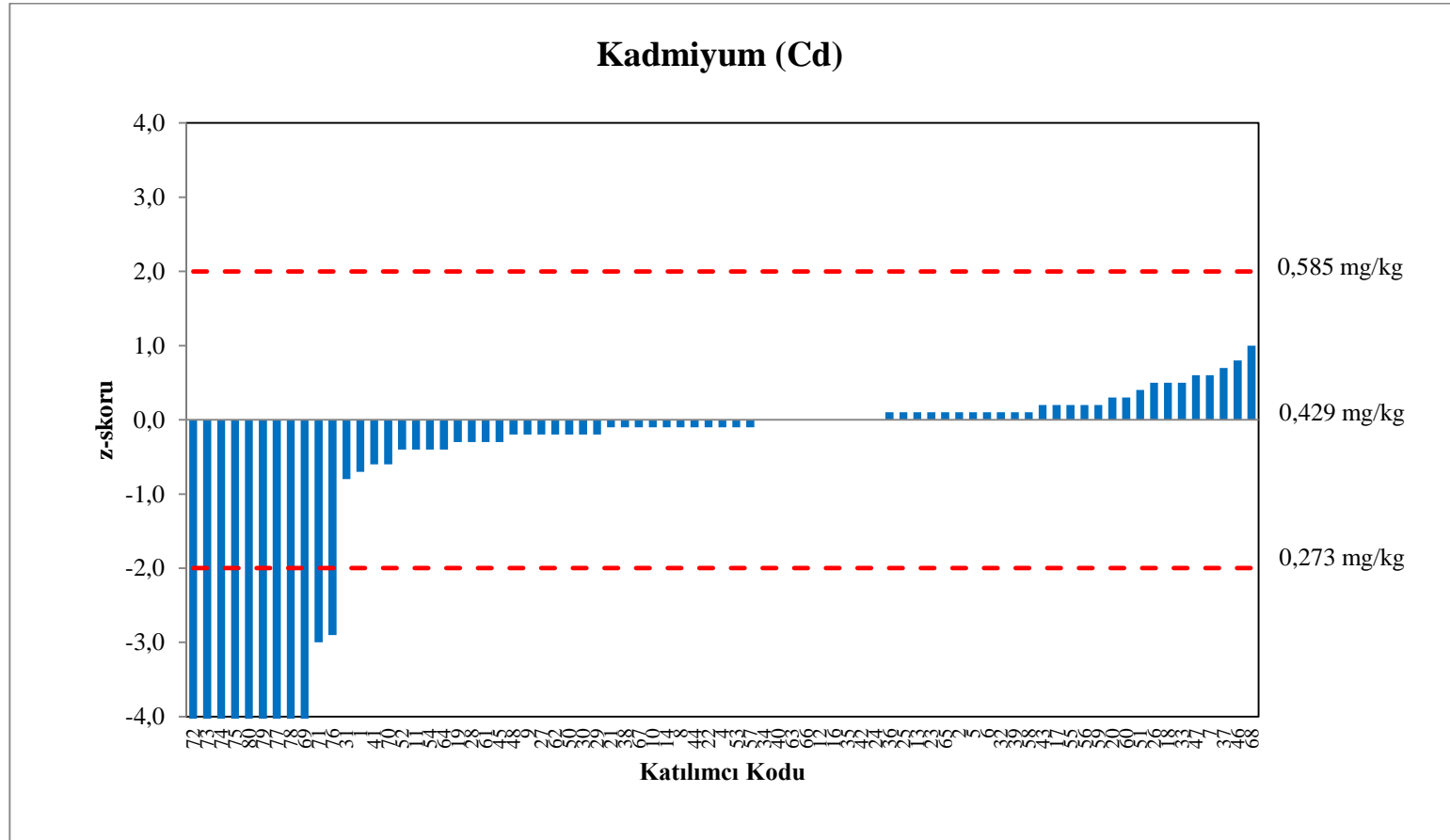
Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorumları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorumları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir.) Devam

Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)		Civa (Hg)	
	Atanmış Değer	0,567 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,429 (mg/kg)	Atanmış Değer	1,950 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,338 (mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru
36	0,562	0,0	0,434	0,1	1,954	0,0	0,412	1,2
37	Sonuç Bildirmedi		0,483	0,7	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
38	0,561	-0,1	0,418	-0,1	2,056	0,4	0,36	0,3
39	0,621	0,6	0,44	0,1	2,092	0,5	0,335	-0,1
40	0,592	0,3	0,426	0,0	1,733	-0,8	0,334	-0,1
41	0,44	-1,3	0,38	-0,6	2,1	0,5	0,26	-1,2
42	0,577	0,1	0,43	0,0	1,927	-0,1	0,34	0,0
43	Sonuç Bildirmedi		0,443	0,2	1,671	-1,0	0,452	1,8
44	0,572	0,1	0,422	-0,1	1,989	0,1	0,313	-0,4
45	0,502	-0,7	0,409	-0,3	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
46	0,583	0,2	0,495	0,8	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
47	0,608	0,4	0,473	0,6	1,911	-0,1	0,308	-0,5
48	0,56	-0,1	0,41	-0,2	2,04	0,3	0,32	-0,3
49	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		0,237	-1,6
50	0,607	0,4	0,413	-0,2	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
51	0,59	0,2	0,459	0,4	1,91	-0,1	0,361	0,4
52	0,566	0,0	0,399	-0,4	1,883	-0,2	0,352	0,2
53	0,574	0,1	0,424	-0,1	1,913	-0,1	0,352	0,2
54	0,57	0,0	0,402	-0,4	2,075	0,4	0,325	-0,2
55	0,547	-0,2	0,446	0,2	2,056	0,4	0,356	0,3
56	0,549	-0,2	0,447	0,2	1,823	-0,4	0,337	0,0
57	0,549	-0,2	0,424	-0,1	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
58	0,57	0,0	0,44	0,1	2,04	0,3	0,35	0,2
59	0,552	-0,1	0,448	0,2	2,063	0,4	0,301	-0,6
60	0,583	0,2	0,456	0,3	1,873	-0,3	0,33	-0,1
61	0,577	0,1	0,408	-0,3	1,946	0,0	0,322	-0,3
62	0,541	-0,3	0,412	-0,2	1,872	-0,3	0,341	0,0
63	0,585	0,2	0,427	0,0	1,888	-0,2	0,331	-0,1
64	0,511	-0,6	0,402	-0,4	1,845	-0,4	0,317	-0,3
65	0,604	0,4	0,439	0,1	2,005	0,2	0,325	-0,2
66	0,585	0,2	0,428	0,0	1,52	-1,5	0,345	0,1
67	0,632	0,7	0,418	-0,1	1,942	0,0	0,341	0,0
68	0,769	2,0	0,511	1,0	2,257	1,1	0,425	1,4
69	0,643	0,8	0,109	-4,1	2	0,2	0	-5,3
70	0,44	-1,3	0,38	-0,6	1,84	-0,4	0,01	-5,2
71	0,4615	-1,1	0,192	-3,0	2,2235	1,0	0,611	4,3

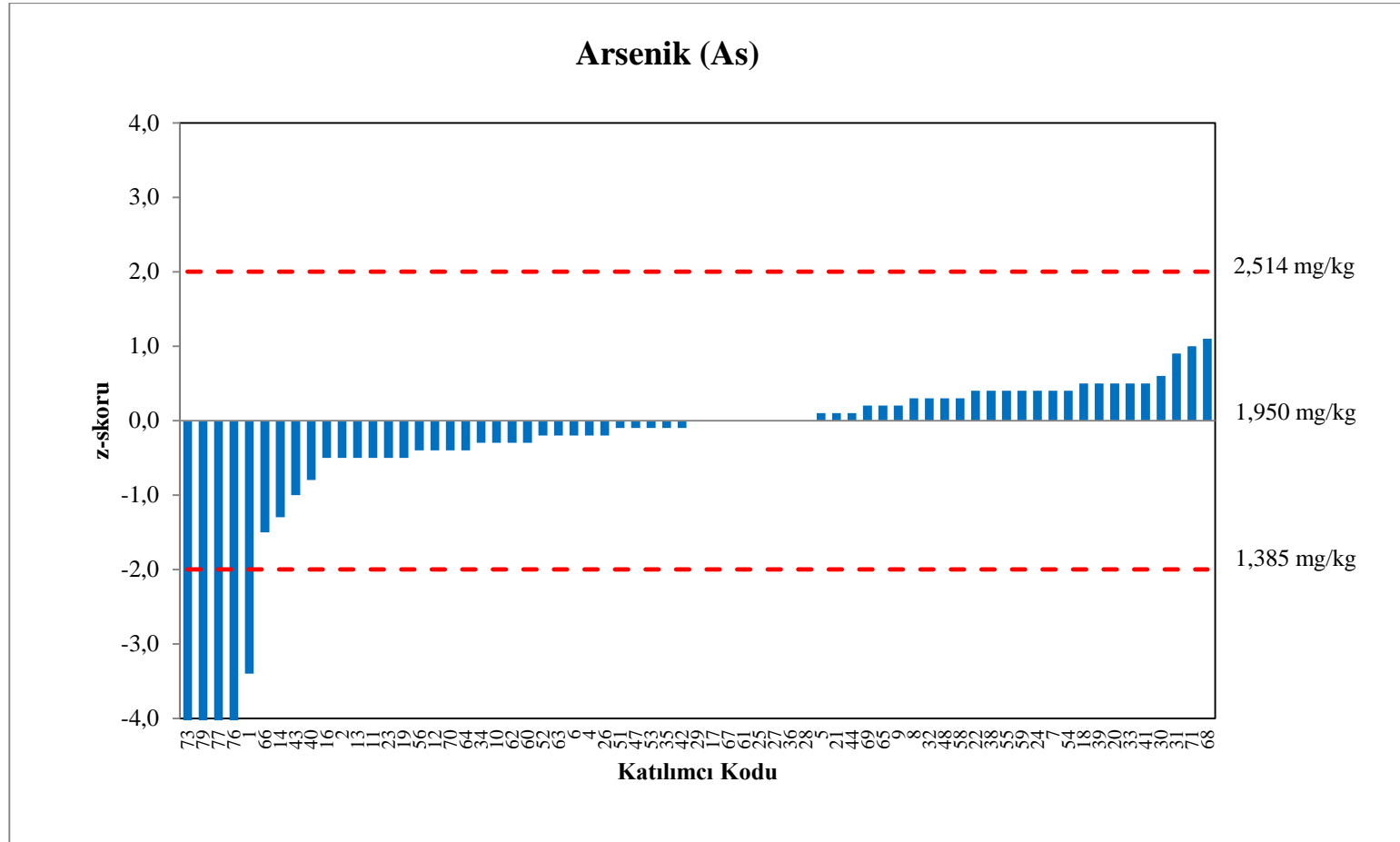
Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorları ($|z| > 2$ aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir.) Devam

Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)		Civa (Hg)	
	Atanmış Değer	0,567 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,429 (mg/kg)	Atanmış Değer	1,950 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,338 (mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru
72	0,0002	-5,7	0	-5,5	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
73	0,0239	-5,5	0	-5,5	0	-6,9	0	-5,3
74	0	-5,7	0	-5,5	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
75	0	-5,7	0	-5,5	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
76	0,32	-2,5	0,2	-2,9	0,35	-5,7	0,01	-5,2
77	20,74	204,4	0,0899	-4,4	0,134	-6,4	0,0205	-5,0
78	0,1	-4,7	0,1	-4,2	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
79	0,0415	-5,3	0,0272	-5,2	0,012	-6,9	0,0005	-5,3
80	0,486	-0,8	0	-5,5	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	

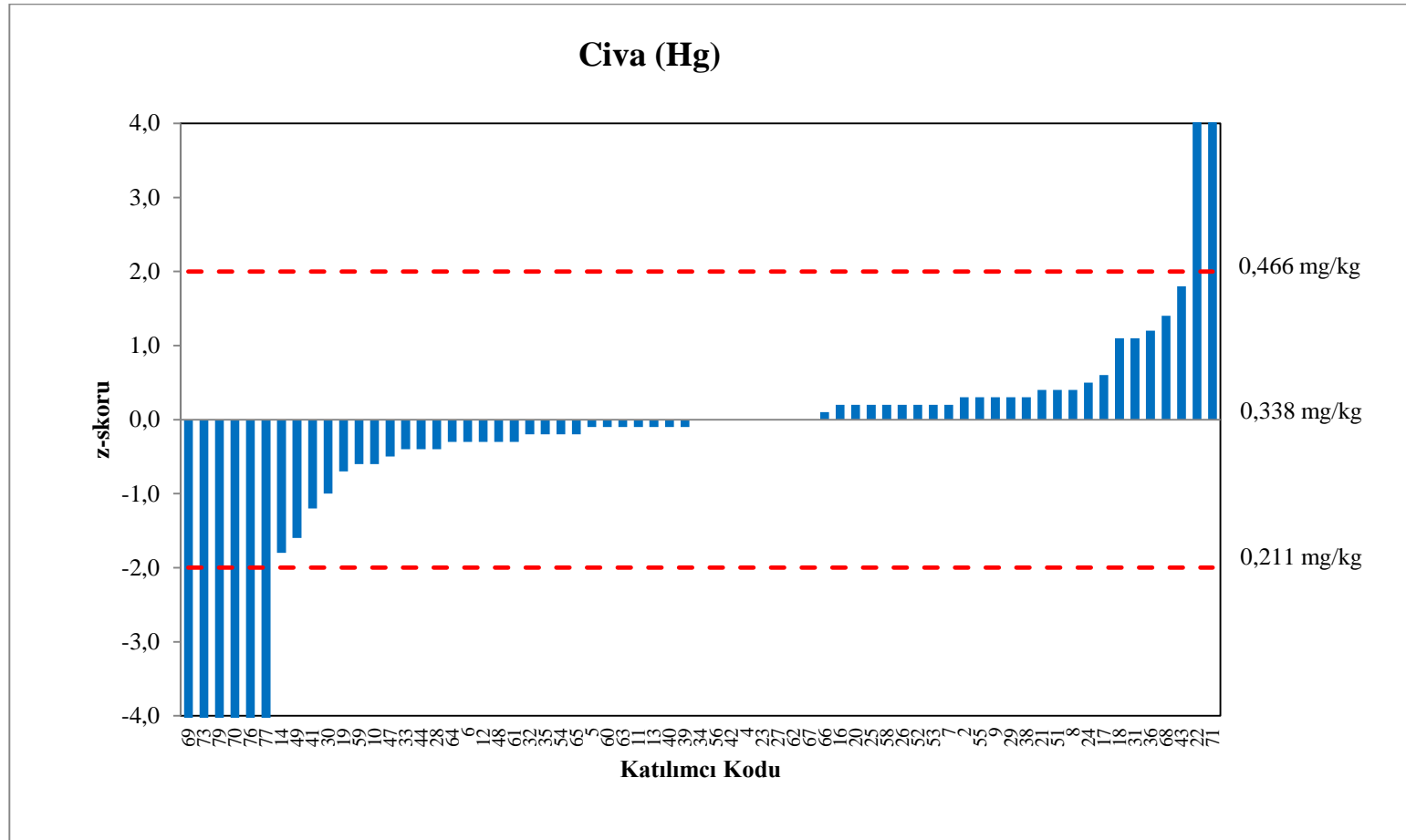




Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorları histogramı

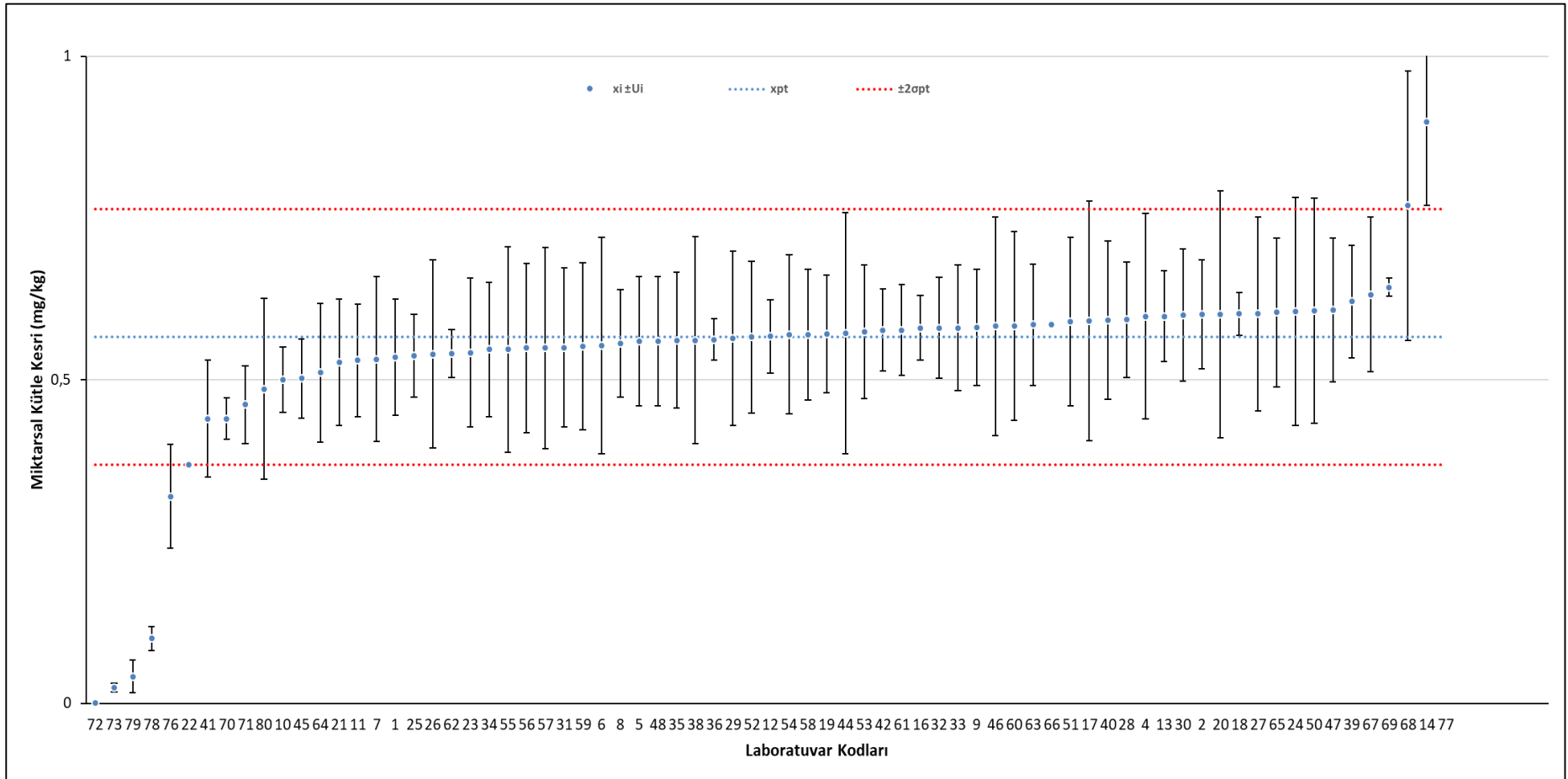
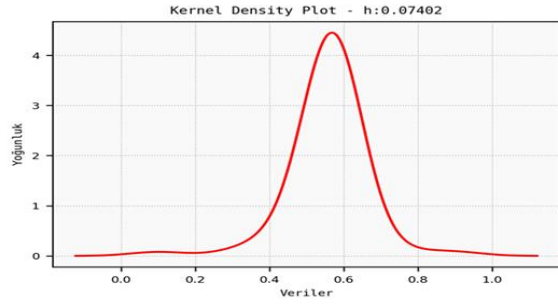


Şekil 3. Arsenik (As) z-skorları histogramı



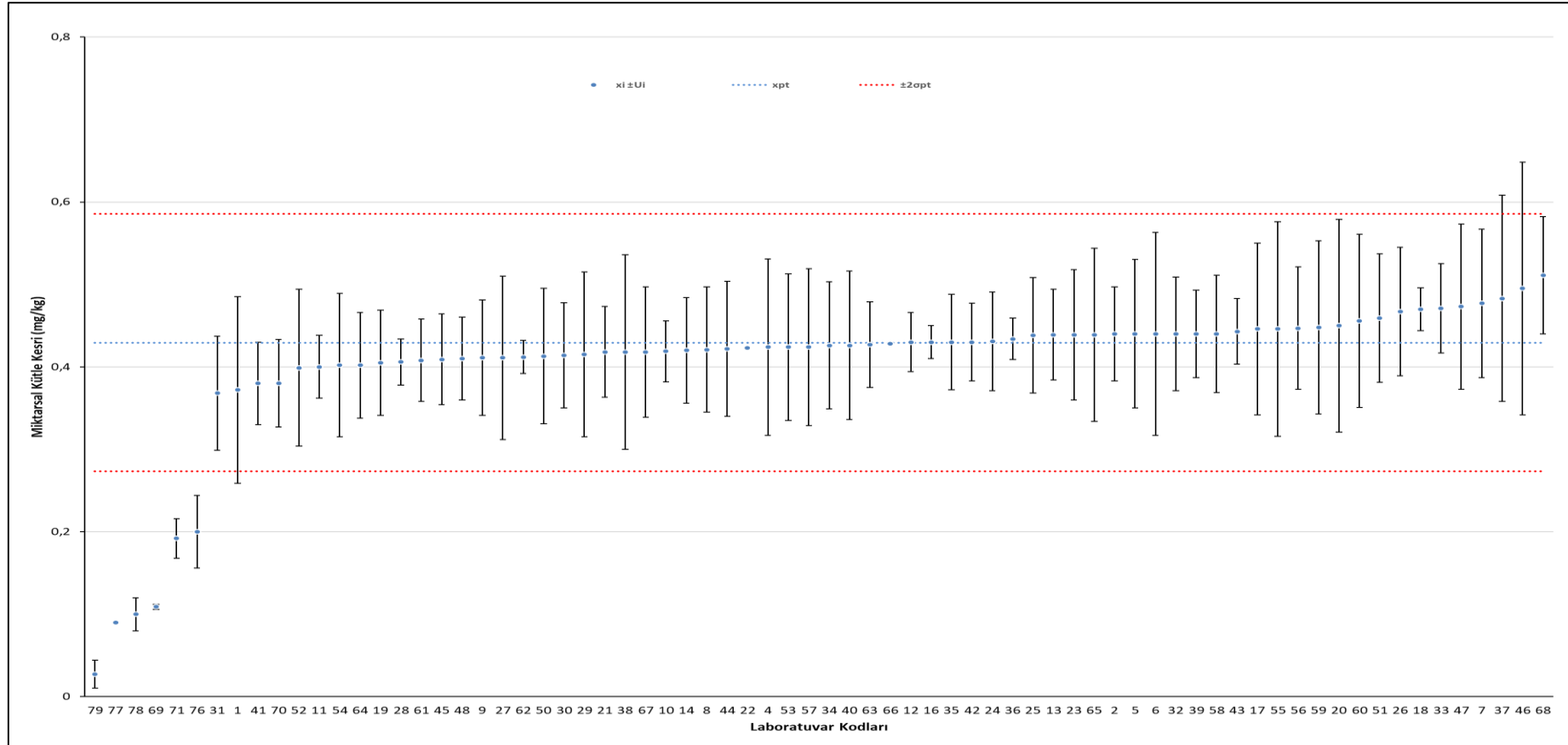
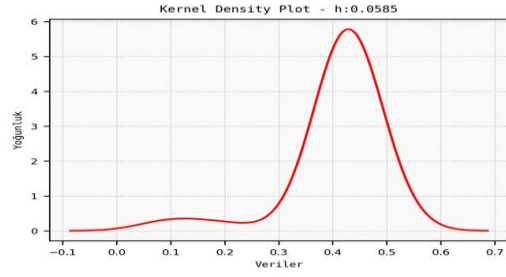
Şekil 4. Civa (Hg) z-skorları histogram

UGRL YT Raporu-MİN016



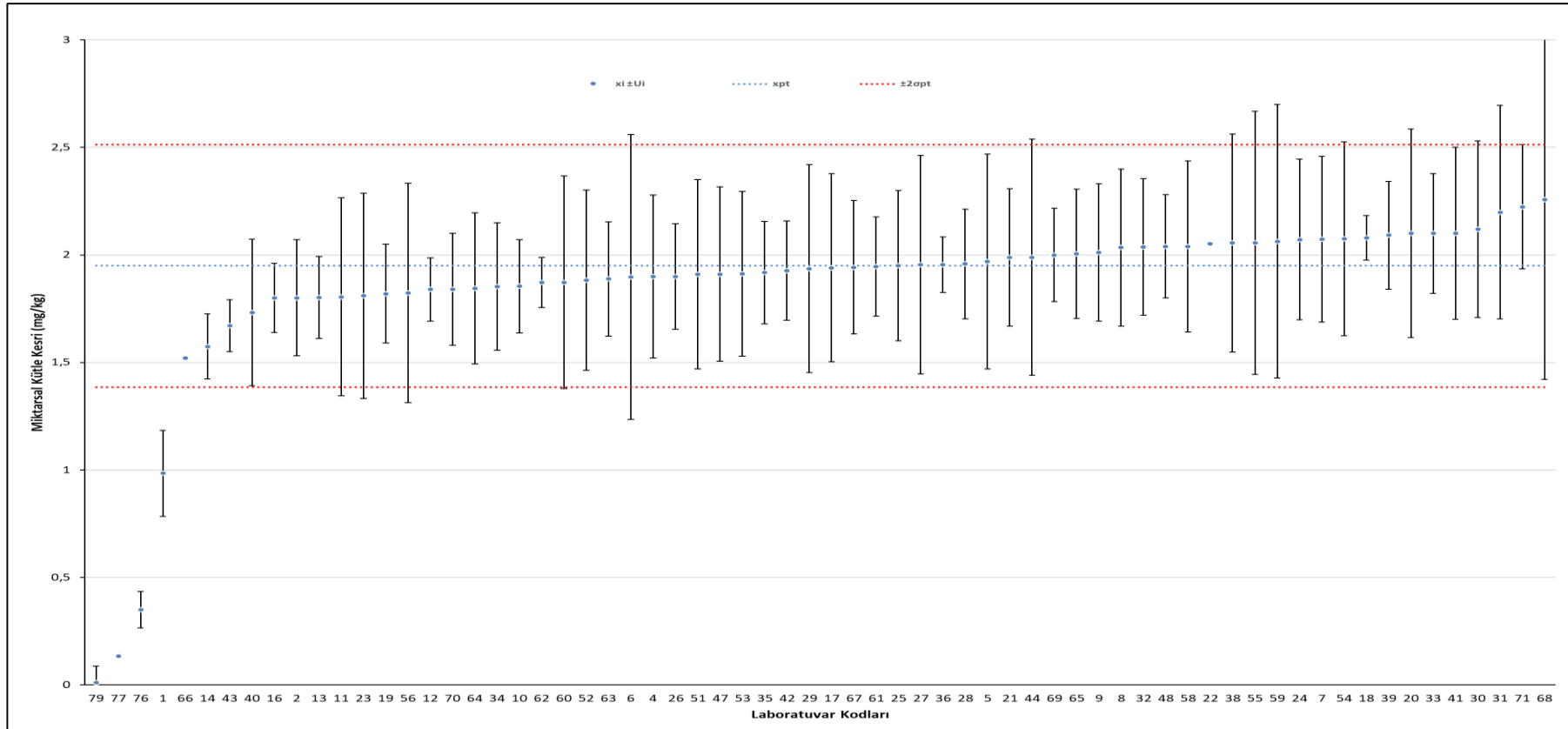
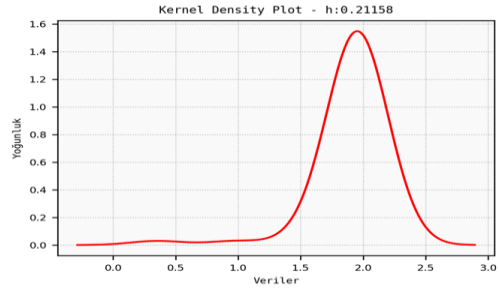
Şekil 5. Kurşun (Pb) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği

UGRL YT Raporu-MİN016



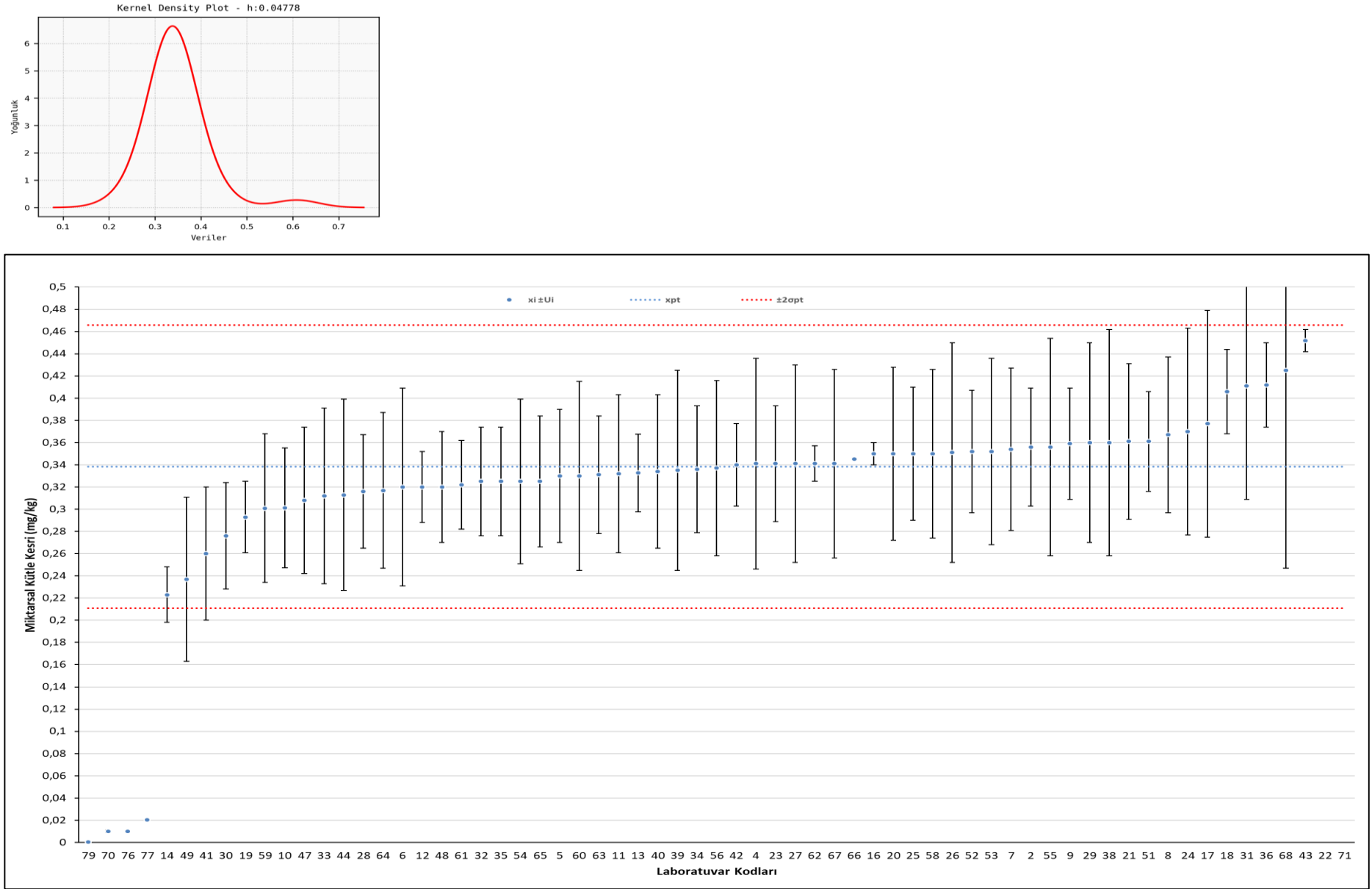
Şekil 6. Kadmiyum (Cd) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği

UGRL YT Raporu-MİN016



Şekil 7. Arsenik (As) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği

UGRL YT Raporu-MİN016



Şekil 8. Civa (Hg) katılımcı sonuç, ölçüm belirsizliği dağılımı ve çekirdek yoğunluğu grafiği

5.4.2. zeta-skorları

MİN016 kodlu liyofilize balık etinde bulunan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As) ve Civa (Hg) analizi yeterlilik testinde, katılımcılardan ölçüm belirsizliği istenmiş ve ölçüm belirsizliği performans değerlendirmesi yapılarak zeta-skorları hesaplanmıştır. Bildirilen ölçüm belirsizliği hesabının gerçekçi olup olmadığı ile ilgili değerlendirme de yapılmıştır. Tüm değerlendirmeler ve açıklamaları Kurşun (Pb) için Tablo 7’de Kadmiyum (Cd) için Tablo 8’de, Arsenik (As) için Tablo 9’da , Civa (Hg) için Tablo 10’da verilmektedir.

Tablo 7. Kurşun (Pb) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirmesi

Kurşun (Pb) Atanmış Değer = 0,567 mg/kg								
Kurşun (Pb) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,011$ $\sigma_{pt-rel} = 0,174$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
1	0,535	0,090	16,8	0,084	-0,3	-0,7	G	
2	0,601	0,084	14,0	0,070	0,3	0,8	G	
3	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
4	0,598	0,159	26,6	0,133	0,3	0,4	G	
5	0,560	0,100	17,9	0,089	-0,1	-0,1	G	
6	0,553	0,167	30,2	0,151	-0,1	-0,2	G	
7	0,532	0,127	23,9	0,119	-0,4	-0,5	G	
8	0,556	0,083	14,9	0,075	-0,1	-0,3	G	
9	0,581	0,090	15,5	0,077	0,1	0,3	G	
10	0,500	0,051	10,2	0,051	-0,7	-2,5	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
11	0,530	0,087	16,4	0,082	-0,4	-0,8	G	
12	0,567	0,057	10,0	0,050	0,0	0,0	G	
13	0,598	0,070	11,7	0,059	0,3	0,9	G	
14	0,899	0,129	14,3	0,072	3,4	5,1	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
15	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
16	0,580	0,050	8,6	0,043	0,1	0,5	G	
17	0,591	0,185	31,3	0,157	0,2	0,3	G	
18	0,602	0,033	5,5	0,027	0,4	2,0	G	
19	0,571	0,091	15,9	0,080	0,0	0,1	G	
20	0,601	0,191	31,8	0,159	0,3	0,4	G	
21	0,527	0,098	18,6	0,093	-0,4	-0,8	G	
22	0,369	Ö.B bildirmedi			-2,0			
23	0,542	0,115	21,2	0,106	-0,3	-0,4	G	
24	0,606	0,176	29,0	0,145	0,4	0,4	G	

Tablo 7. Kurşun (Pb) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi(devam)

Kurşun (Pb) Atanmış Değer = 0,567 mg/kg								
Kurşun (Pb) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(X_{pt}) = 0,011$ $\sigma_{pt-rel} = 0,174$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(X_i) < u_{rel}(X_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(X_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(X_{pt}) \leq u_{rel}(X_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(X_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
25	0,537	0,064	11,9	0,060	-0,3	-0,9	G	
26	0,540	0,145	26,9	0,134	-0,3	-0,4	G	
27	0,602	0,150	24,9	0,125	0,4	0,5	G	
28	0,593	0,089	15,0	0,075	0,3	0,6	G	
29	0,564	0,135	23,9	0,120	0,0	0,0	G	
30	0,600	0,102	17,0	0,085	0,3	0,6	G	
31	0,550	0,123	22,4	0,112	-0,2	-0,3	G	
32	0,580	0,078	13,4	0,067	0,1	0,3	G	
33	0,580	0,097	16,7	0,084	0,1	0,3	G	
34	0,547	0,104	19,0	0,095	-0,2	-0,4	G	
35	0,561	0,105	18,7	0,094	-0,1	-0,1	G	
36	0,562	0,032	5,7	0,028	0,0	-0,3	G	
37	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
38	0,561	0,160	28,5	0,143	-0,1	-0,1	G	
39	0,621	0,087	14,0	0,070	0,6	1,2	G	
40	0,592	0,122	20,6	0,103	0,3	0,4	G	
41	0,440	0,090	20,5	0,102	-1,3	-2,8	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
42	0,577	0,063	10,9	0,055	0,1	0,3	G	
43	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
44	0,572	0,186	32,5	0,163	0,1	0,1	G	
45	0,502	0,061	12,2	0,061	-0,7	-2,1	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
46	0,583	0,169	29,0	0,145	0,2	0,2	G	
47	0,608	0,111	18,3	0,091	0,4	0,7	G	
48	0,560	0,100	17,9	0,089	-0,1	-0,1	G	
49	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
50	0,607	0,174	28,7	0,143	0,4	0,5	G	
51	0,590	0,130	22,0	0,110	0,2	0,4	G	
52	0,566	0,117	20,7	0,103	0,0	0,0	G	
53	0,574	0,103	17,9	0,090	0,1	0,1	G	
54	0,570	0,123	21,6	0,108	0,0	0,1	G	
55	0,547	0,159	29,1	0,145	-0,2	-0,2	G	
56	0,549	0,131	23,9	0,119	-0,2	-0,3	G	

Tablo 7. Kurşun (Pb) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi(devam)

Kurşun (Pb) Atanmış Değer = 0,567 mg/kg								
Kurşun (Pb) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(X_{pt}) = 0,011$ $\sigma_{pt-rel} = 0,174$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(X_i) < u_{rel}(X_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(X_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(X_{pt}) \leq u_{rel}(X_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(X_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
57	0,549	0,155	28,2	0,141	-0,2	-0,2	G	
58	0,570	0,101	17,7	0,089	0,0	0,1	G	
59	0,552	0,129	23,4	0,117	-0,1	-0,2	G	
60	0,583	0,146	25,0	0,125	0,2	0,2	G	
61	0,577	0,070	12,1	0,061	0,1	0,3	G	
62	0,541	0,037	6,8	0,034	-0,3	-1,3	G	
63	0,585	0,094	16,1	0,080	0,2	0,4	G	
64	0,511	0,107	20,9	0,105	-0,6	-1,0	G	
65	0,604	0,115	19,0	0,095	0,4	0,6	G	
66	0,585	Ö.B bildirmedir			0,2			
67	0,632	0,120	19,0	0,095	0,7	1,1	G	
68	0,769	0,208	27,0	0,135	2,0	1,9	G	
69	0,643	0,014	2,2	0,011	0,8	8,1	D	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Geçerli bir belirsizlik bildirilmemiştir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
70	0,440	0,032	7,3	0,036	-1,3	-7,4	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
71	0,462	0,060	13,0	0,065	-1,1	-3,4	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
72	0,000	0,000	57,5	0,288	-5,7	-89,9	Y	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
73	0,024	0,007	27,6	0,138	-5,5	-76,3	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
74	0,000	0,000			-5,7	-90,0		Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
75	0,000	0,000			-5,7	-90,0		Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
76	0,320	0,080	25,0	0,125	-2,5	-6,1	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
77	20,740	0,029	0,1	0,001	204,4	1276,0	D	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
78	0,100	0,019	19,0	0,095	-4,7	-40,9	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
79	0,042	0,025	60,7	0,304	-5,3	-37,3	Y	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
80	0,486	0,140	28,8	0,144	-0,8	-1,1	G	

Tablo 8. Kadmiyum (Cd) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi

Kadmiyum (Cd) Atanmış Değer = 0,429 mg/kg								
Kadmiyum (Cd) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,010$ $\sigma_{pt-rel} = 0,182$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
1	0,372	0,113	30,4	0,152	-0,7	-1,0	G	
2	0,440	0,057	13,0	0,065	0,1	0,4	G	
3	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
4	0,424	0,107	25,2	0,126	-0,1	-0,1	G	
5	0,440	0,090	20,5	0,102	0,1	0,2	G	
6	0,440	0,123	28,0	0,140	0,1	0,2	G	
7	0,477	0,090	18,9	0,094	0,6	1,1	G	
8	0,421	0,076	18,1	0,090	-0,1	-0,2	G	
9	0,411	0,070	17,0	0,085	-0,2	-0,5	G	
10	0,419	0,037	8,8	0,044	-0,1	-0,6	G	
11	0,400	0,038	9,5	0,048	-0,4	-1,5	G	
12	0,430	0,036	8,4	0,042	0,0	0,0	G	
13	0,439	0,055	12,5	0,063	0,1	0,3	G	
14	0,420	0,064	15,2	0,076	-0,1	-0,3	G	
15	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
16	0,430	0,020	4,7	0,023	0,0	0,0	G	
17	0,446	0,104	23,3	0,117	0,2	0,3	G	
18	0,470	0,026	5,5	0,028	0,5	3,0	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
19	0,405	0,064	15,8	0,079	-0,3	-0,8	G	
20	0,450	0,129	28,7	0,143	0,3	0,3	G	
21	0,418	0,055	13,2	0,066	-0,1	-0,4	G	
22	0,423	Ö.B bildirmedi			-0,1			
23	0,439	0,079	18,0	0,090	0,1	0,2	G	
24	0,431	0,060	13,9	0,070	0,0	0,1	G	
25	0,438	0,070	16,0	0,080	0,1	0,2	G	
26	0,467	0,078	16,7	0,084	0,5	1,0	G	
27	0,411	0,099	24,1	0,120	-0,2	-0,4	G	
28	0,406	0,028	6,9	0,034	-0,3	-1,6	G	
29	0,415	0,100	24,1	0,120	-0,2	-0,3	G	
30	0,414	0,064	15,5	0,077	-0,2	-0,5	G	
31	0,368	0,069	18,8	0,094	-0,8	-1,8	G	
32	0,440	0,069	15,7	0,078	0,1	0,3	G	
33	0,471	0,054	11,5	0,057	0,5	1,5	G	
34	0,426	0,077	18,1	0,090	0,0	-0,1	G	

Tablo 8. Kadmiyum (Cd) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi(devam)

Kadmiyum (Cd) Atanmış Değer = 0,429 mg/kg								
Kadmiyum (Cd) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,010$ $\sigma_{pt-rel} = 0,182$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
35	0,430	0,058	13,5	0,067	0,0	0,0	G	
36	0,434	0,025	5,8	0,029	0,1	0,3	G	
37	0,483	0,125	25,9	0,129	0,7	0,9	G	
38	0,418	0,118	28,2	0,141	-0,1	-0,2	G	
39	0,440	0,053	12,0	0,060	0,1	0,4	G	
40	0,426	0,090	21,1	0,106	0,0	-0,1	G	
41	0,380	0,050	13,2	0,066	-0,6	-2,0	G	
42	0,430	0,047	10,9	0,055	0,0	0,0	G	
43	0,443	0,040	9,0	0,045	0,2	0,7	G	
44	0,422	0,082	19,4	0,097	-0,1	-0,2	G	
45	0,409	0,055	13,4	0,067	-0,3	-0,7	G	
46	0,495	0,153	30,9	0,155	0,8	0,9	G	
47	0,473	0,100	21,1	0,106	0,6	0,9	G	
48	0,410	0,050	12,2	0,061	-0,2	-0,8	G	
49	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
50	0,413	0,082	19,9	0,099	-0,2	-0,4	G	
51	0,459	0,078	17,0	0,085	0,4	0,8	G	
52	0,399	0,095	23,8	0,119	-0,4	-0,6	G	
53	0,424	0,089	21,0	0,105	-0,1	-0,1	G	
54	0,402	0,087	21,6	0,108	-0,4	-0,6	G	
55	0,446	0,130	29,1	0,146	0,2	0,3	G	
56	0,447	0,074	16,6	0,083	0,2	0,5	G	
57	0,424	0,095	22,4	0,112	-0,1	-0,1	G	
58	0,440	0,071	16,1	0,081	0,1	0,3	G	
59	0,448	0,105	23,4	0,117	0,2	0,4	G	
60	0,456	0,105	23,0	0,115	0,3	0,5	G	
61	0,408	0,050	12,3	0,061	-0,3	-0,8	G	
62	0,412	0,020	4,9	0,024	-0,2	-1,6	G	
63	0,427	0,052	12,2	0,061	0,0	-0,1	G	
64	0,402	0,064	15,9	0,080	-0,4	-0,9	G	
65	0,439	0,105	23,9	0,120	0,1	0,2	G	
66	0,428	Ö.B bildirmedi			0,0			
67	0,418	0,079	18,9	0,094	-0,1	-0,3	G	
68	0,511	0,071	13,9	0,069	1,0	2,3	G	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 8. Kadmiyum (Cd) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi(devam)

Kadmiyum (Cd) Atanmış Değer = 0,429 mg/kg								
Kadmiyum (Cd) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,010$ $\sigma_{pt-rel} = 0,182$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
69	0,109	0,003	2,8	0,014	-4,1	-71,9	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
70	0,380	0,053	13,9	0,070	-0,6	-1,8	G	
71	0,192	0,024	12,5	0,063	-3,0	-18,7	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
72	0,000	0,000			-5,5	-102,3		Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
73	0,000	0,000			-5,5	-102,3		Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
74	0,000	0,000			-5,5	-102,3		Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
75	0,000	0,000			-5,5	-102,3		Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
76	0,200	0,044	22,0	0,110	-2,9	-10,2	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
77	0,090	0,000	0,3	0,002	-4,4	-80,8	D	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
78	0,100	0,020	20,0	0,100	-4,2	-30,4	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
79	0,027	0,017	62,5	0,313	-5,2	-42,4	Y	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
80	0,000	0,000			-5,5	-102,3		Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.

Tablo 9. Arsenik (As) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi

Arsenik (As) Atanmış Değer = 1,950 mg/kg								
Arsenik (As) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,011$ $\sigma_{pt-rel} = 0,145$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
1	0,984	0,200	20,3	0,102	-3,4	-9,4	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
2	1,801	0,270	15,0	0,075	-0,5	-1,1	G	
3	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
4	1,900	0,379	19,9	0,100	-0,2	-0,3	G	
5	1,970	0,500	25,4	0,127	0,1	0,1	G	
6	1,897	0,662	34,9	0,174	-0,2	-0,2	Y	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok yüksektir. Geçerli bir belirsizlik bildirilmemiştir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
7	2,073	0,386	18,6	0,093	0,4	0,6	G	

Tablo 9. Arsenik (As) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi(devam)

Arsenik (As) Atanmış Değer = 1,950 mg/kg								
Arsenik (As) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,011$ $\sigma_{pt-rel} = 0,145$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
8	2,034	0,366	18,0	0,090	0,3	0,5	G	
9	2,011	0,320	15,9	0,080	0,2	0,4	G	
10	1,855	0,217	11,7	0,058	-0,3	-0,9	G	
11	1,805	0,461	25,5	0,128	-0,5	-0,6	G	
12	1,840	0,147	8,0	0,040	-0,4	-1,4	G	
13	1,802	0,190	10,5	0,053	-0,5	-1,5	G	
14	1,574	0,151	9,6	0,048	-1,3	-4,8	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
15	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
16	1,800	0,160	8,9	0,044	-0,5	-1,8	G	
17	1,940	0,437	22,5	0,113	0,0	0,0	G	
18	2,080	0,104	5,0	0,025	0,5	2,3	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
19	1,820	0,230	12,6	0,063	-0,5	-1,1	G	
20	2,100	0,485	23,1	0,115	0,5	0,6	G	
21	1,989	0,320	16,1	0,080	0,1	0,2	G	
22	2,052	Ö.B bildirmedi			0,4			
23	1,810	0,477	26,4	0,132	-0,5	-0,6	G	
24	2,072	0,373	18,0	0,090	0,4	0,7	G	
25	1,950	0,350	17,9	0,090	0,0	0,0	G	
26	1,900	0,245	12,9	0,064	-0,2	-0,4	G	
27	1,954	0,508	26,0	0,130	0,0	0,0	G	
28	1,958	0,255	13,0	0,065	0,0	0,1	G	
29	1,936	0,484	25,0	0,125	0,0	-0,1	G	
30	2,120	0,411	19,4	0,097	0,6	0,8	G	
31	2,199	0,497	22,6	0,113	0,9	1,0	G	
32	2,037	0,318	15,6	0,078	0,3	0,5	G	
33	2,100	0,278	13,2	0,066	0,5	1,1	G	
34	1,853	0,296	16,0	0,080	-0,3	-0,6	G	
35	1,918	0,238	12,4	0,062	-0,1	-0,3	G	
36	1,954	0,129	6,6	0,033	0,0	0,1	G	
37	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						

Tablo 9. Arsenik (As) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi(devam)

Arsenik (As) Atanmış Değer = 1,950 mg/kg								
Arsenik (As) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,011$ $\sigma_{pt-rel} = 0,145$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
38	2,056	0,507	24,7	0,123	0,4	0,4	G	
39	2,092	0,251	12,0	0,060	0,5	1,1	G	
40	1,733	0,341	19,7	0,098	-0,8	-1,3	G	
41	2,100	0,400	19,0	0,095	0,5	0,7	G	
42	1,927	0,231	12,0	0,060	-0,1	-0,2	G	
43	1,671	0,120	7,2	0,036	-1,0	-4,4	G	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	1,989	0,549	27,6	0,138	0,1	0,1	G	
45	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
46	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
47	1,911	0,405	21,2	0,106	-0,1	-0,2	G	
48	2,040	0,240	11,8	0,059	0,3	0,7	G	
49	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
50	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
51	1,910	0,440	23,0	0,115	-0,1	-0,2	G	
52	1,883	0,419	22,3	0,111	-0,2	-0,3	G	
53	1,913	0,383	20,0	0,100	-0,1	-0,2	G	
54	2,075	0,451	21,7	0,109	0,4	0,6	G	
55	2,056	0,612	29,8	0,149	0,4	0,3	Y	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok yüksektir. Geçerli bir belirsizlik bildirilmemiştir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
56	1,823	0,510	28,0	0,140	-0,4	-0,5	G	
57	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
58	2,040	0,398	19,5	0,098	0,3	0,5	G	
59	2,063	0,636	30,8	0,154	0,4	0,4	Y	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok yüksektir. Geçerli bir belirsizlik bildirilmemiştir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
60	1,873	0,494	26,4	0,132	-0,3	-0,3	G	
61	1,946	0,230	11,8	0,059	0,0	0,0	G	
62	1,872	0,116	6,2	0,031	-0,3	-1,3	G	
63	1,888	0,266	14,1	0,070	-0,2	-0,5	G	
64	1,845	0,351	19,0	0,095	-0,4	-0,6	G	
65	2,005	0,300	15,0	0,075	0,2	0,4	G	
66	1,520	Ö.B bildirmedi			-1,5			
67	1,942	0,310	16,0	0,080	0,0	0,0	G	

Tablo 9. Arsenik (As) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi(devam)

Arsenik (As) Atanmış Değer = 1,950 mg/kg								
Arsenik (As) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,011$ $\sigma_{pt-rel} = 0,145$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
68	2,257	0,835	37,0	0,185	1,1	0,7	Y	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok yüksektir. Geçerli bir belirsizlik bildirilmemiştir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
69	2,000	0,216	10,8	0,054	0,2	0,5	G	
70	1,840	0,261	14,2	0,071	-0,4	-0,8	G	
71	2,224	0,289	13,0	0,065	1,0	1,9	G	
72	Sonuç Bildirmedi	0,000						
73	0,000	0,000			-6,9	-90,3		Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
74	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
75	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
76	0,350	0,085	24,3	0,121	-5,7	-33,6	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
77	0,134	0,001	0,7	0,004	-6,4	-84,0	D	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
78	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
79	0,012	0,076	633,3	3,167	-6,9	-44,3	Y	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
80	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						

Tablo 10. Civa (Hg) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi

Civa (Hg) Atanmış Değer = 0,338 mg/kg								
Civa (Hg) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,015$ $\sigma_{pt-rel} = 0,188$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
1	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
2	0,356	0,053	14,9	0,074	0,3	0,7	G	
3	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
4	0,341	0,095	27,9	0,139	0,0	0,1	G	
5	0,330	0,060	18,2	0,091	-0,1	-0,3	G	

Tablo 10. Civa (Hg) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi(devam)

Civa (Hg) Atanmış Değer = 0,338 mg/kg								
Civa (Hg) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,015$ $\sigma_{pt-rel} = 0,188$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
6	0,320	0,089	27,8	0,139	-0,3	-0,4	G	
7	0,354	0,073	20,6	0,103	0,2	0,4	G	
8	0,367	0,070	19,1	0,095	0,4	0,8	G	
9	0,359	0,050	13,9	0,070	0,3	0,8	G	
10	0,301	0,054	17,9	0,090	-0,6	-1,4	G	
11	0,332	0,071	21,4	0,107	-0,1	-0,2	G	
12	0,320	0,032	10,0	0,050	-0,3	-1,1	G	
13	0,333	0,035	10,5	0,053	-0,1	-0,3	G	
14	0,223	0,025	11,2	0,056	-1,8	-8,6	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
15	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
16	0,350	0,010	2,9	0,014	0,2	1,6	D	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Geçerli bir belirsizlik bildirilmemiştir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
17	0,377	0,102	27,1	0,135	0,6	0,8	G	
18	0,406	0,038	9,4	0,047	1,1	3,4	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
19	0,293	0,032	10,9	0,055	-0,7	-2,7	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
20	0,350	0,078	22,3	0,111	0,2	0,3	G	
21	0,361	0,070	19,4	0,097	0,4	0,6	G	
22	0,606	Ö.B bildirmedi			4,2			
23	0,341	0,052	15,2	0,076	0,0	0,1	G	
24	0,370	0,093	25,1	0,126	0,5	0,7	G	
25	0,350	0,060	17,1	0,086	0,2	0,4	G	
26	0,351	0,099	28,2	0,141	0,2	0,3	G	
27	0,341	0,089	26,1	0,130	0,0	0,1	G	
28	0,316	0,051	16,1	0,081	-0,4	-0,9	G	
29	0,360	0,090	25,0	0,125	0,3	0,5	G	
30	0,276	0,048	17,4	0,087	-1,0	-2,5	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
31	0,411	0,102	24,8	0,124	1,1	1,4	G	
32	0,325	0,049	15,1	0,075	-0,2	-0,5	G	

Tablo 10. Civa (Hg) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirilmesi(devam)

Civa (Hg) Atanmış Değer = 0,338 mg/kg								
Civa (Hg) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,015$ $\sigma_{pt-rel} = 0,188$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
33	0,312	0,079	25,3	0,127	-0,4	-0,7	G	
34	0,336	0,057	17,0	0,085	0,0	-0,1	G	
35	0,325	0,049	15,1	0,075	-0,2	-0,5	G	
36	0,412	0,038	9,2	0,046	1,2	3,7	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
37	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
38	0,360	0,102	28,3	0,142	0,3	0,4	G	
39	0,335	0,090	26,9	0,134	-0,1	-0,1	G	
40	0,334	0,069	20,7	0,103	-0,1	-0,1	G	
41	0,260	0,060	23,1	0,115	-1,2	-2,6	G	Raporlanan sonuç uygun z-skoru aralığında yer alsa da, uygun olmayan zeta-skoru katılımcının bildirdiği belirsizliğe göre sonucun atanmış değerden sapmasının fazla olduğunu göstermektedir.
42	0,340	0,037	10,9	0,054	0,0	0,1	G	
43	0,452	0,010	2,2	0,011	1,8	16,1	D	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok düşüktür. Geçerli bir belirsizlik bildirilmemiştir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
44	0,313	0,086	27,5	0,137	-0,4	-0,6	G	
45	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
46	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
47	0,308	0,066	21,4	0,107	-0,5	-0,9	G	
48	0,320	0,050	15,6	0,078	-0,3	-0,7	G	
49	0,237	0,074	31,2	0,156	-1,6	-2,7	G	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	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
51	0,361	0,045	12,5	0,062	0,4	1,0	G	
52	0,352	0,055	15,6	0,078	0,2	0,5	G	
53	0,352	0,084	23,9	0,119	0,2	0,3	G	
54	0,325	0,074	22,8	0,114	-0,2	-0,4	G	
55	0,356	0,098	27,5	0,138	0,3	0,4	G	
56	0,337	0,079	23,4	0,117	0,0	0,0	G	
57	Sonuç Bildirmedi	Sonuç bildirmedi						
58	0,350	0,076	21,7	0,109	0,2	0,3	G	
59	0,301	0,067	22,3	0,111	-0,6	-1,1	G	
60	0,330	0,085	25,8	0,129	-0,1	-0,2	G	

Tablo 10. Civa (Hg) zeta-skoru ve ölçüm belirsizliği değerlendirmesi(devam)

Civa (Hg) Atanmış Değer = 0,338 mg/kg								
Civa (Hg) Ölçüm belirsizliği (Ö.B) Değerlendirme = $u_{rel}(x_{pt}) = 0,015$ $\sigma_{pt-rel} = 0,188$								
D: Ö.B. Düşük Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) < u_{rel}(x_{pt})$								
Y: Ö.B. Yüksek Hesaplanmış $u_{rel}(x_i) > \sigma_{pt-rel}$								
G: Ö.B. Hesabı Gerçekçi $u_{rel}(x_{pt}) \leq u_{rel}(x_i) \leq \sigma_{pt-rel}$								
KOD	Sonuç (mg/kg)	Ölçüm Belirsizliği (Ö.B.) (\pm mg/kg)	Belirsizlik oranı %	Rölatif Standart Ö.B. $u_{rel}(x_i)$	z skor	zeta skor	Ö.B Değerlendirme	Açıklama
61	0,322	0,040	12,4	0,062	-0,3	-0,8	G	
62	0,341	0,016	4,7	0,023	0,0	0,3	G	
63	0,331	0,053	16,0	0,080	-0,1	-0,3	G	
64	0,317	0,070	22,1	0,110	-0,3	-0,6	G	
65	0,325	0,059	18,2	0,091	-0,2	-0,4	G	
66	0,345	Ö.B bildirdi			0,1			
67	0,341	0,085	24,9	0,125	0,0	0,1	G	
68	0,425	0,178	41,9	0,209	1,4	1,0	Y	Katılımcının bildirdiği belirsizlik çok yüksektir. Geçerli bir belirsizlik bildirilmemiştir. Ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir.
69	0,000	Sonuç bildirdi			-5,3			
70	0,010	0,001	12,0	0,060	-5,2	-65,2	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
71	0,611	0,079	12,9	0,065	4,3	6,8	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
72	Sonuç Bildirdi	Sonuç bildirdi						
73	0,000	0,000			-5,3	-67,7		Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
74	Sonuç Bildirdi	Sonuç bildirdi						
75	Sonuç Bildirdi	Sonuç bildirdi						
76	0,010	0,000	4,0	0,020	-5,2	-65,6	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
77	0,021	0,000	1,0	0,005	-5,0	-63,6	D	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
78	Sonuç Bildirdi	Sonuç bildirdi						
79	0,001	0,000	15,6	0,078	-5,3	-67,6	G	Bildirilen sonucun atanmış değerden sapması yüksek olduğu için z-skoru ve zeta-skoru yüksek çıkmıştır.
80	Sonuç Bildirdi	Sonuç bildirdi						

Tablo 11. Katılımcı yorumları

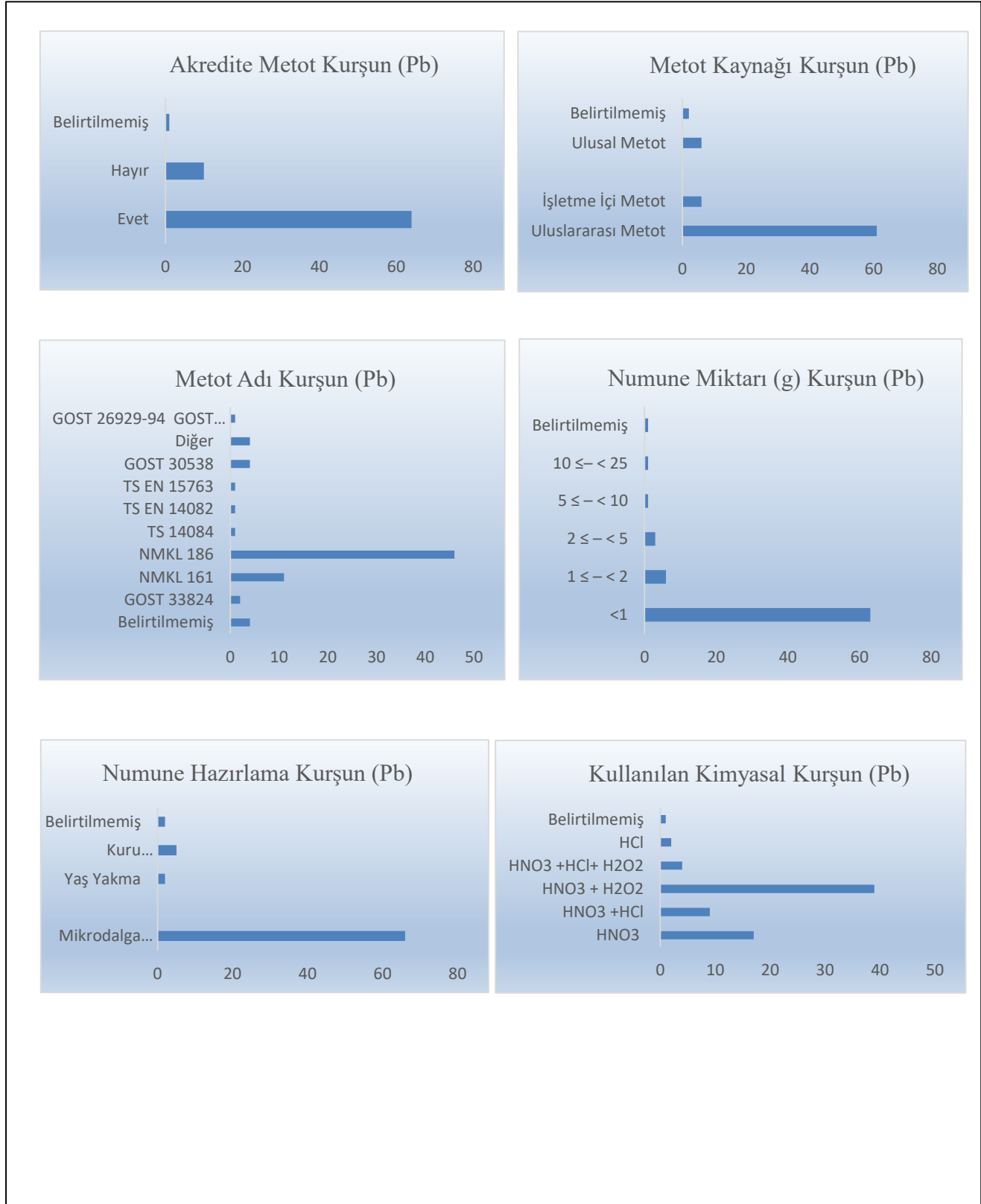
Lab Kodu	Yorum*
42	Katılımcı Bilgilendirme Formu'nda "Yeterlilik Test Materyali rutin analize gelen numune gibi işleme alınmalıdır" ifadesinin yer aldığı maddeye göre cihazda okunan sonuçlar geri kazanıma göre düzeltilerek sonuçlar verilmiştir.
48	Sonuçlar geri kazanıma göre düzeltilerek hesaplanmıştır.
71	Katılımcı kodu - 71
72	"taxlil uchun yuborilgan namuna miqdori me'yoriy hujjatda talab qilingan miqdordan kam bolganligi sababli margimush (As),simob (Hg) elementlari tahlili otkazilmadi"

*Yorumlar, katılımcıların bildirdiği şekli ile verilmektedir.

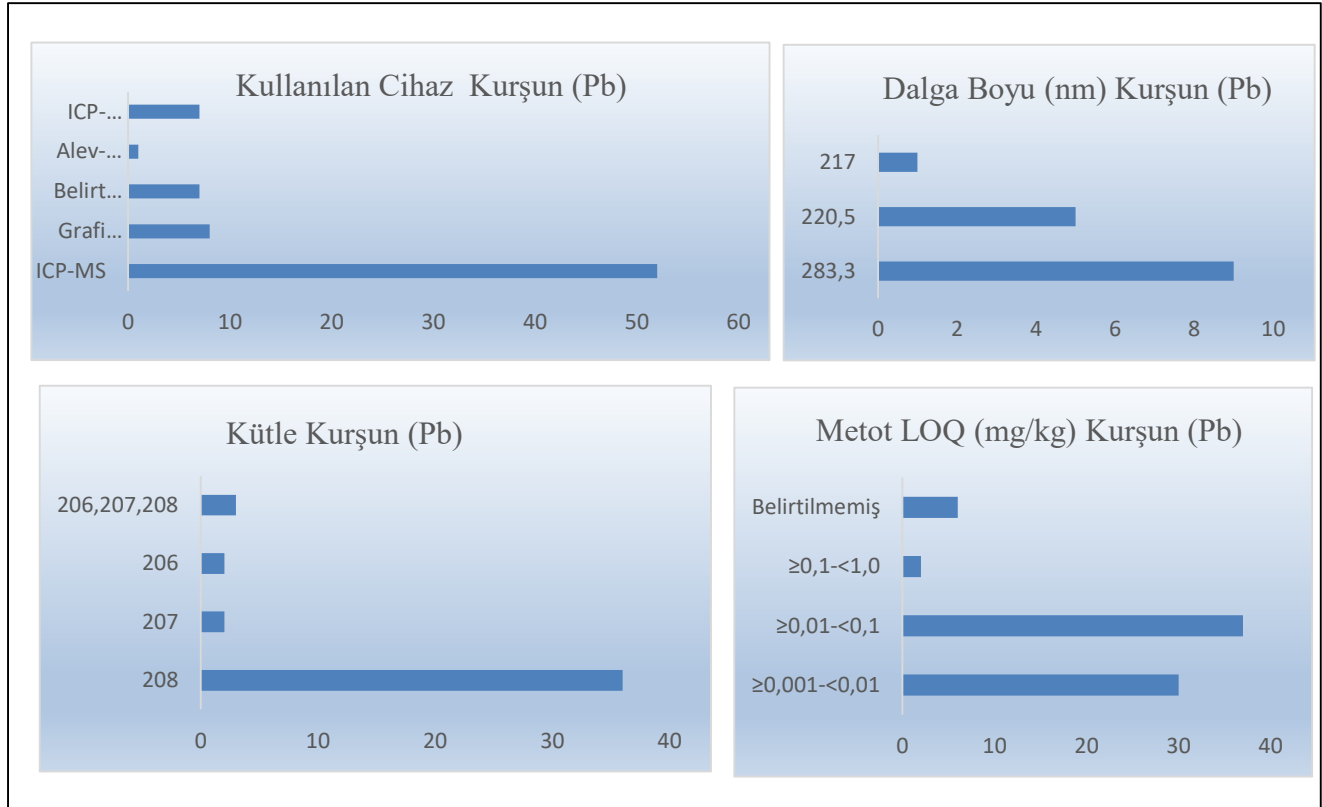
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU' ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgilerine yönelik katılımcıların beyanları özetlenerek Tablo 12 ,13,14 ve Tablo 15'de grafiklerde özetlenerek gösterilmektedir.

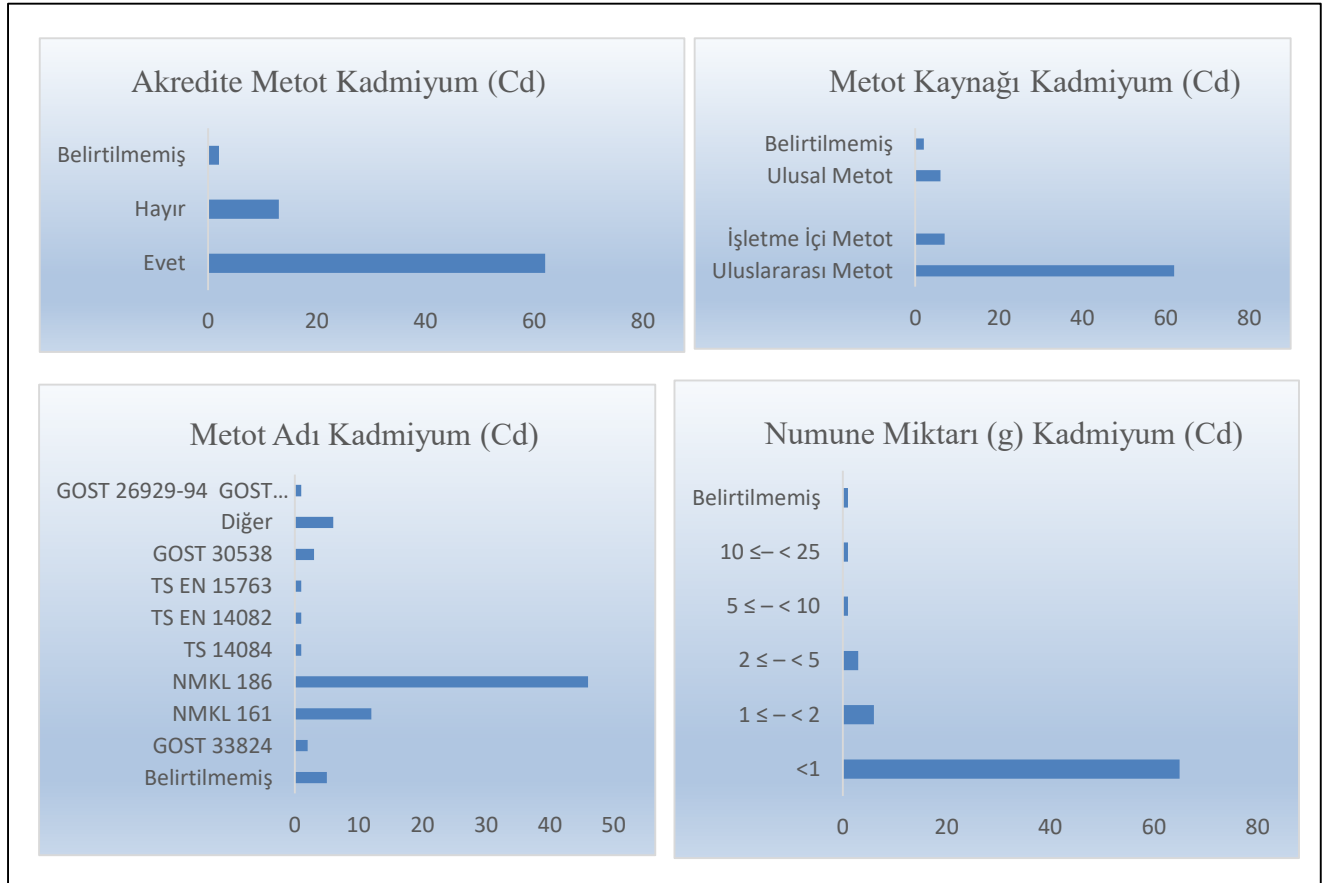
Tablo 12. Analiz bilgileri özet grafikleri (Kurşun)



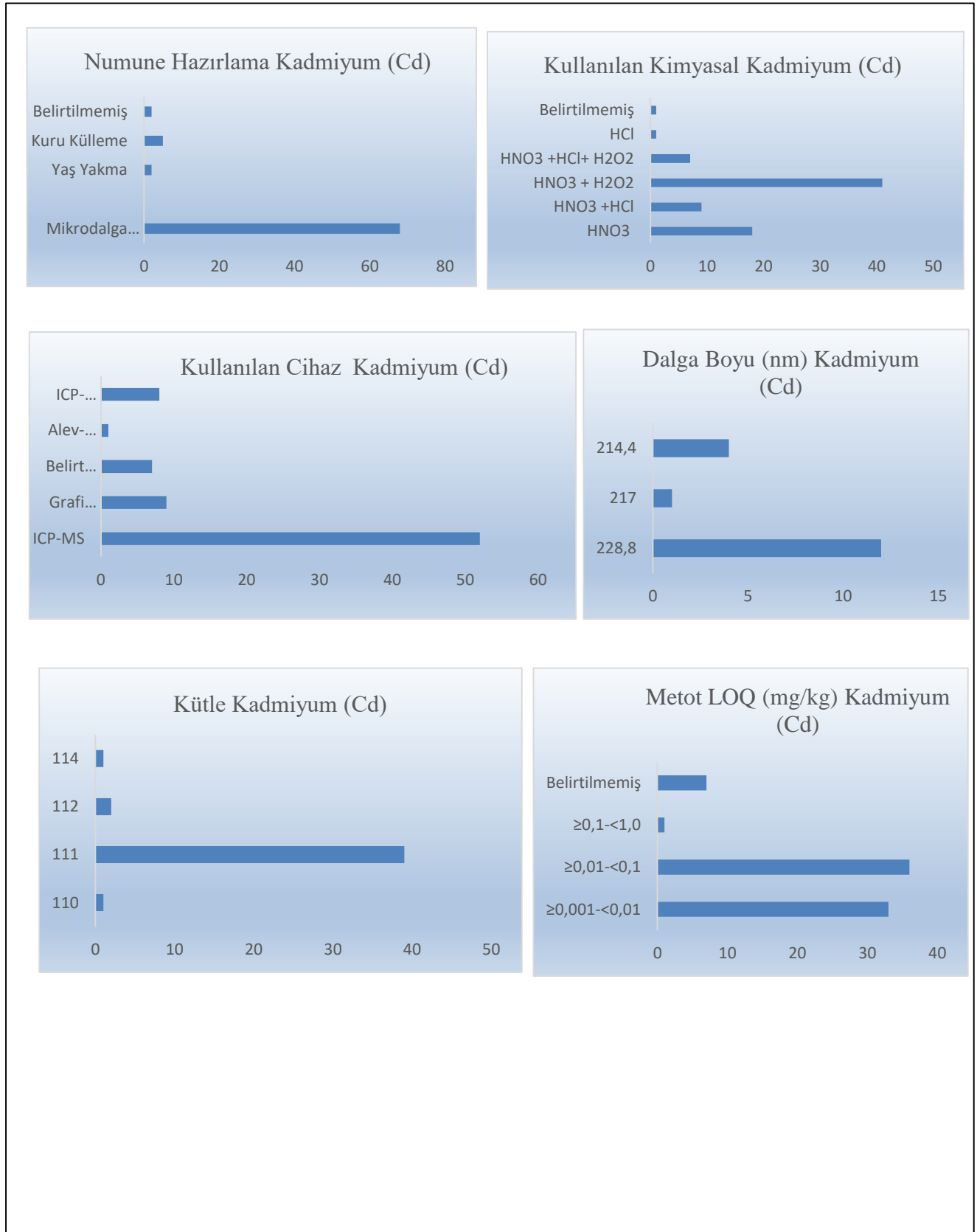
Tablo 12. Analiz bilgileri özet grafikleri (Kurşun) devam



Tablo 13. Analiz bilgileri özet grafikleri (Kadmiyum)



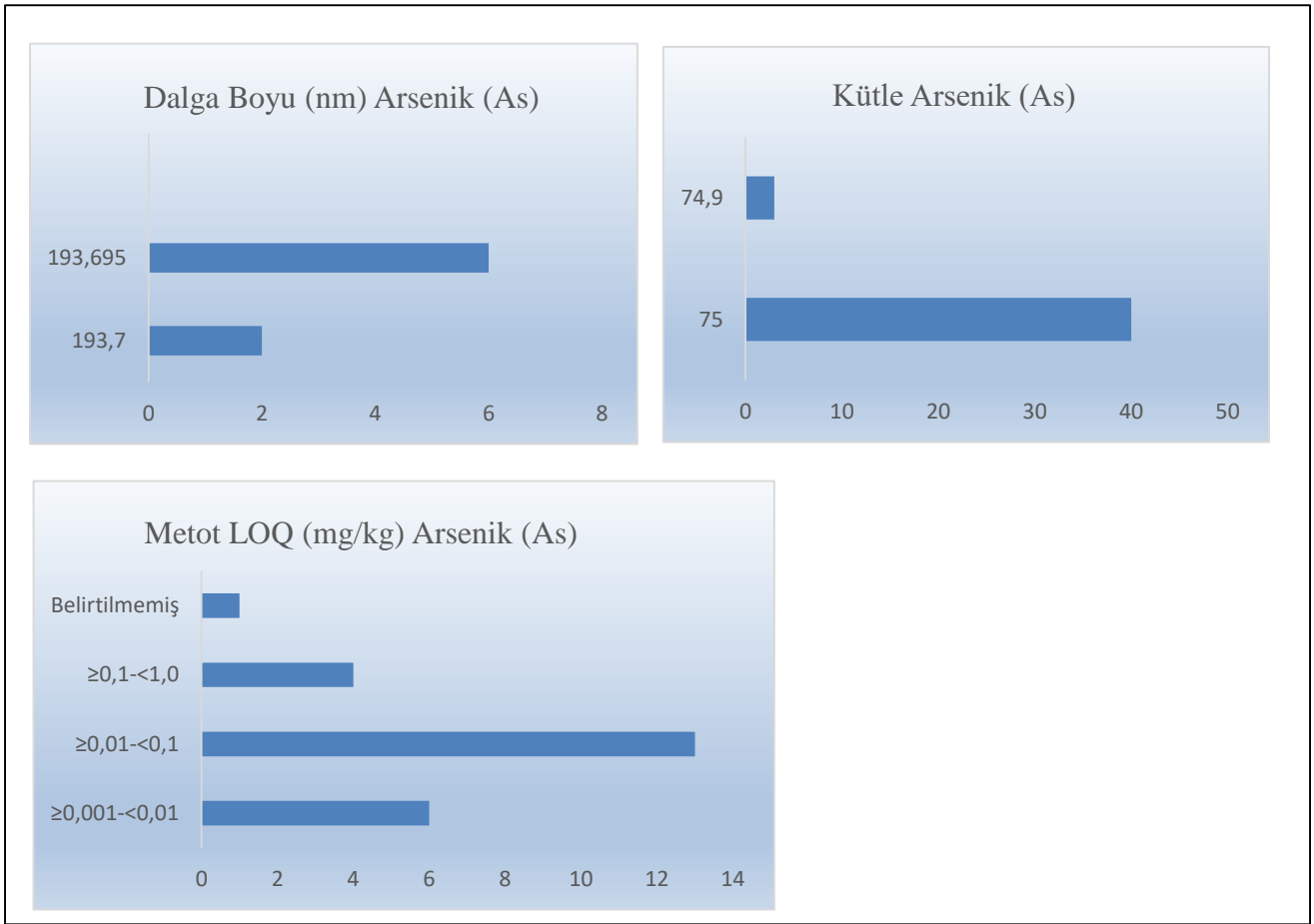
Tablo 13. Analiz bilgileri özet grafikleri (Kadmiyum) devam



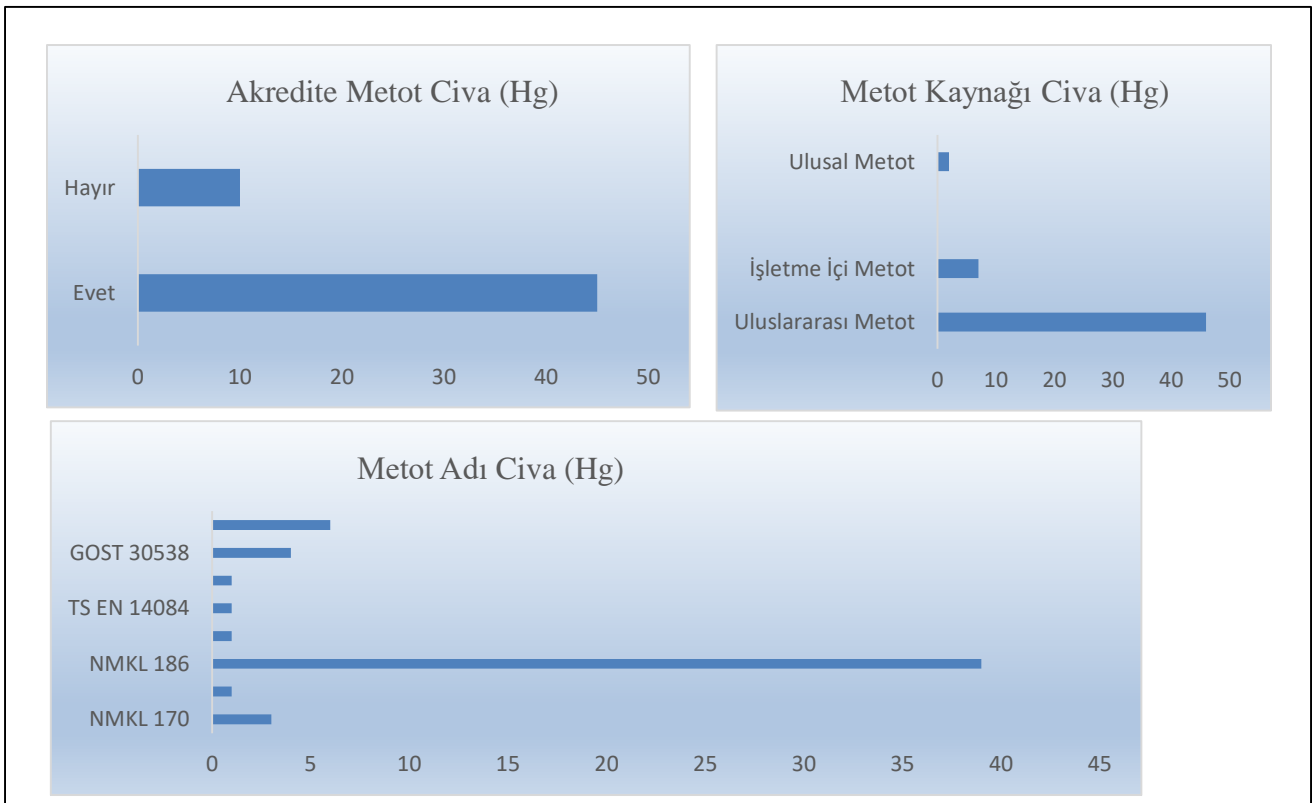
Tablo 14. Analiz bilgileri özet grafikleri (Arsenik)



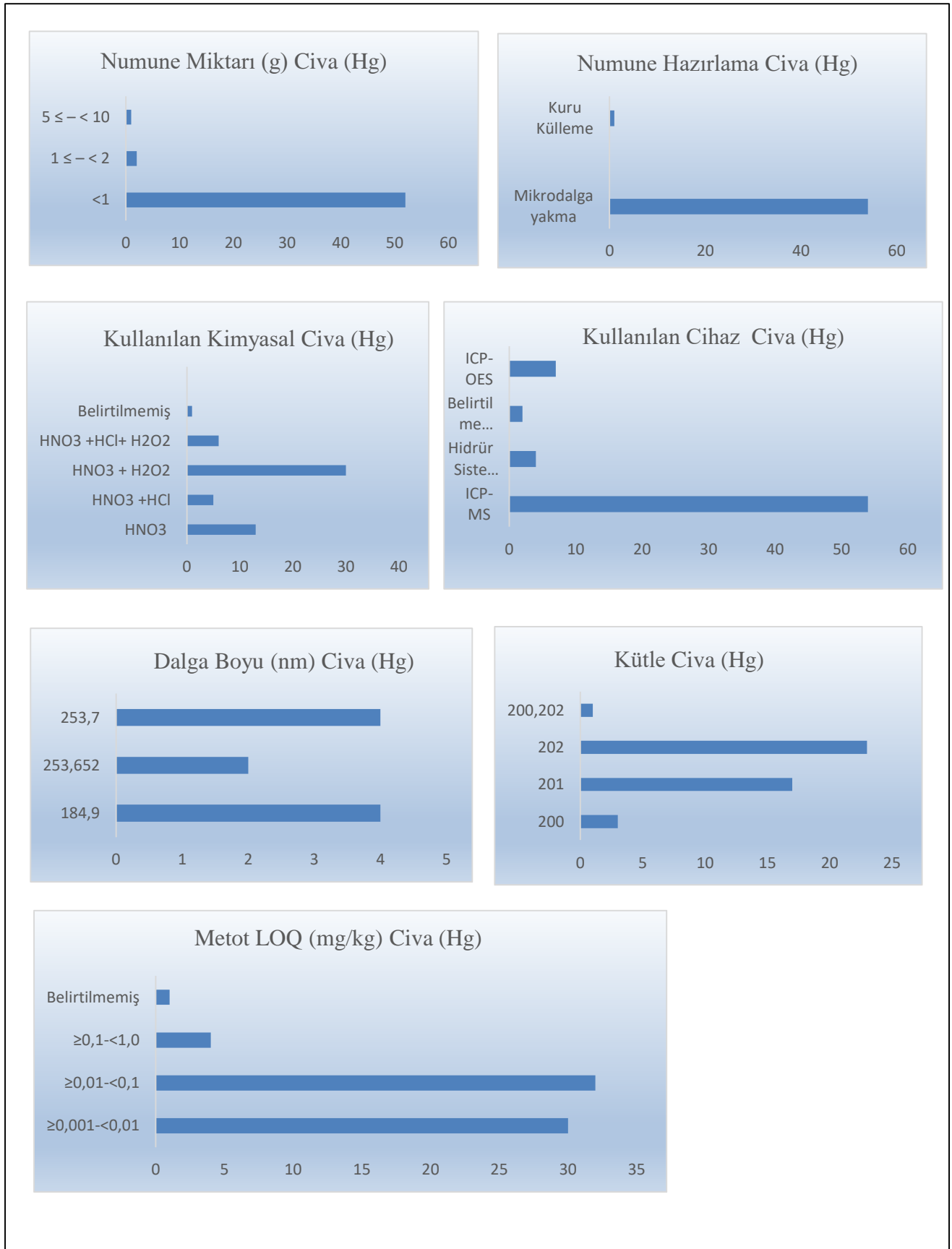
Tablo 14. Analiz bilgileri özet grafikleri (Arsenik) devam



Tablo 15. Analiz bilgileri özet grafikleri (Civa)



Tablo 15. Analiz bilgileri özet grafikleri (Civa) devam



7. GÖZLEMLER

Yurtiçinde kamu ve özel laboratuvarlar ile yurtdışında kamu laboratuvarlarının başvurusu ile toplam 80 katılımcı ile düzenlenen MİN016 çevrimine iki katılımcı laboratuvar cihaz arızası sebebi ile sonuç göndermemiştir. Katılımcıların z-skoru yönünden başarı yüzdesi Kurşun (Pb) için % 88 , Kadmiyum (Cd) için % 86 Arsenik (As) için % 93 ve Civa (Hg) için % 88 olmuştur. Çevrim sonucunda katılımcılardan 9 tanesi Kurşun (Pb) elementi analizinde, 11 tanesi ise Kadmiyum (Cd) elementi analizinde , 5 tanesi ise Arsenik (As) elementi analizinde ve 8 tanesi Civa (Hg) elementi analizinde uygun olmayan z-skor almıştır. Özellikle numune hazırlamada kuru kütleme sistemine sahip laboratuvarların YT materyalindeki elementleri tespit etmesinde sıkıntı yaşadığı, bu laboratuvarların sonuçlarını genellikle “0” olarak verdiği gözlenmiştir. Numune hazırlık aşamasında kuru kütleme sistemini kullanan katılımcı laboratuvarların süreç esnasında ilgili elementleri büyük oranda kaybettikleri düşünülmektedir.

Katılımcı laboratuvarların ölçüm belirsizliği yönünden incelendiğinde zeta-skoru başarı yüzdeleri z-skoru başarı yüzdelerine göre düşüktür. Katılımcıların ölçüm belirsizliği verilerinin değerlendirildiği zeta-skorunda başarı oranının Kurşun (Pb) için % 79, Kadmiyum (Cd) için % 83, Arsenik (As) için % 88, ve Civa (Hg) için % 78 olduğu görülmektedir. Zeta skoru yönünden başarısız olan laboratuvarların ölçüm belirsizliği raporunda belirsizlik hesabının yeniden gözden geçirilmesi tavsiye edilir. Katılımcı laboratuvarların ölçüm belirsizliği sonuçları değerlendirildiğinde bazı katılımcıların kabul edilebilir ölçüm belirsizliğinin çok altında ya da çok üstünde ölçüm belirsizliği değeri bildirdiği görülmüştür. Bu durum analiz sonucunun güvenilirliğini olumsuz yönde etkilemektedir. Ölçüm belirsizliği analiz sonucunun bileşenlerinden biri olduğu bu parametrenin de kabul edilebilir sınırlar içerisinde olması analiz güvenilirliği için önem arz etmektedir. Bu nedenle ölçüm belirsizliği hesabı yapılırken azami özen gösterilmelidir.

Gıdalarda ICP-MS ile element analizi yapılması için önerilen güncel metot 5 Haziran 2023 tarihinde Avrupa Birliği resmi metodu olarak yayımlanmıştır. Ülkemizde de bu standart 8 Kasım 2023 tarihinde TS EN 17851: Gıda Maddeleri - Elementler ve Kimyasal Türlerinin Belirlenmesi - Gıda Maddelerinde Ag, As, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Tl, U ve Zn'nin Basınç Altında Sindirildikten Sonra İndüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometresi (ICP-MS) ile Tayini başlığı ile standart metot olarak kabul edilmiştir. Laboratuvarlarımızın gıdalarda çoklu element analizinde validasyon-verifikasyon çalışmalarında bu güncel metodun kullanılması tavsiye edilmektedir.

Element analizleri ile ilgili metot bilgileri incelendiğinde katılımcıların yaklaşık olarak % 85'nin kullandığı metottan ISO/IEC 17025 standardından akredite olduğu, katılımcıların %70'nin ICP-MS cihazı kullandığı görülmektedir.

8. REFERANSLAR

- 1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Deęerlendirmesi -Yeterlilik Testi Saęlayıcılarının Yetkinlięi İin Genel Gereklilikler
- 2 ISO 13528 Statistical Methods For Use in Proficiency Testing By Interlaboratory Comparisons.
- 3 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.
- 4 TÜRKAİ- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştıırma Programları Prosedürü, Rev.No:12 -21.11.2023
- 5 Tanaskovski, B., Broothaerts, W., Buttinger, G., Corbisier, P., Emteborg, H., Robouch, P. and Emons, H. Determination of GM Maize MON88017 in Bird Feed and GM Maize GA21 in Maize Flour. EURL GMFF Proficiency Testing Report GMFF-20/01, 2020, JRC122118