



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



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Buğday Unu Alüminyum (Al), Bakır (Cu), Çinko (Zn), Krom (Cr),
Nikel (Ni) Analizi
UGRL YT Raporu- MİN017
ŞUBAT-NİSAN 2025**

GENEL BİLGİLER

YT Çevrim Kodu ve Adı: MİN017 Buğday Unu Alüminyum (Al), Bakır (Cu), Çinko (Zn), Krom (Cr), Nikel (Ni) Analizi

Test Materyali Gönderim Tarihi: 24/02/2025

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 21/03/2025

Rapor Yayın Tarihi: 17/04/2025

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. 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
4. SONUÇLAR.....	8
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ	8
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ	19
7. GÖZLEMLER	24
8. REFERANSLAR	25

TABLolar

Tablo 1. Buğday Unu Al, Cu, Zn, Cr,Ni analizi yeterlilik testi sonuçları özeti.....	4
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme	6
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme.....	7
Tablo 4. Her bir element için özet istatistik değerlendirmesi.....	10
Tablo 5. $ z \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	10
Tablo 6. Katılımcı sonuçları ve z-skorları.....	11
Tablo 7. Katılımcı yorumları.....	18
Tablo 8. Analiz bilgileri özet grafikleri Alüminyum (Al)	19
Tablo 9. Analiz bilgileri özet grafikleri Bakır (Cu)	20
Tablo 10. Analiz bilgileri özet grafikleri Çinko (Zn)	21
Tablo 11. Analiz bilgileri özet grafikleri Krom (Cr)	22
Tablo 12. Analiz bilgileri özet grafikleri Nikel (Ni)	23

ŞEKİLLER

Şekil 1. Alüminyum (Al) z-skorları histogramı.....	13
Şekil 2. Bakır (Cu) z-skorları histogramı.....	14
Şekil 3. Çinko (Zn) z-skorları histogramı.....	15
Şekil 4. Krom (Cr) z-skorları histogramı.....	16
Şekil 5. Nikel (Ni) z-skorları histogramı.....	17

ÖZET

Laboratuvar Müdürlüğümüz (UGRL) tarafından ülkemiz genelinde kamu ve özel laboratuvar olmak üzere kırk sekiz (48) laboratuvarın katılımı ile “Buğday Unu Alüminyum (Al), Bakır (Cu), Çinko (Zn), Krom (Cr), Nikel (Ni) Analizi” yeterlilik test çevrimi düzenlenmiştir.

Çevrim için başvuruda bulunan 48 katılımcıya, 24/02/2025 tarihinde katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 25 g test materyali gönderilmiştir.

Katılımcılardan test materyalinde yer alan Alüminyum (Al), Bakır (Cu), Çinko (Zn), Krom (Cr) ve Nikel (Ni) elementlerinin miktarsal olarak sonuçlarını bildirmeleri istenmiştir. Gönderilen sonuçlar uygun istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiş ve atanmış değer hesaplanarak katılımcıların performansı z-skorları belirlenerek ortaya konmuştur (Tablo 1).

Tablo 1. Al, Cu, Zn, Cr, Ni Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

Element	Atanmış değer (x_{pt}) (mg/kg)	Toplam z-skor sayısı	$ z \leq 2$ skor sayısı	% $ z \leq 2$
Alüminyum (Al)	26,8	36	36	100
Bakır (Cu)	5,12	48	47	98
Çinko (Zn)	30,1	47	46	98
Krom (Cr)	1,26	39	36	92
Nikel (Ni)	0,960	39	37	95

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 değerlendirmesi 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 hazırlanması için temin edilen yaklaşık 1,7 kg buğday kullanıldı. Materyale herhangi bir zenginleştirme yapılmayıp tüm elementler doğal halinde bırakıldı. Buğday parçalayıcıda öğütüldükten sonra 500 µm elekten geçirildi. Daha sonra toz karıştırıcıda karıştırılıp homojen hale getirildi. Buğday unu yeterlilik test materyali kaplarına en az 25 g olacak şekilde aktararak numaralandırıldı. Numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar oda sıcaklığında muhafaza edildi.

3.2. HOMOJENLİK ve KARARLILIK

ISO 13528 Standardı [1] esas alınarak yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 10 numune, iki tekrarlı olarak analiz edildi. Analizler ICP-MS 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 değer hesaplanmasında kullanılmamıştır. Homojenlik verileri ve istatistiksel değerlendirme Tablo 2’de verilmektedir.

Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme

Homojenlik Testi Özeti	Alüminyum (Al) mg/kg	Bakır (Cu) mg/kg	Çinko (Zn) mg/kg	Krom (Cr) mg/kg	Nikel (Ni) mg/kg
n	20	20	20	20	20
Ortalama	31,2	5,45	31,3	1,12	1,068
Sdt. Sapma	1,24	0,52	1,40	0,28	0,328
σ_{pt}	3,53	0,64	2,89	0,19	0,155
Kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	1,06	0,19	0,87	0,06	0,046
s_w (örnek-içi std. sapma)	1,24	0,52	1,40	0,28	0,328
s_x (örnek ort. std. sapması)	1,16	0,40	0,88	0,16	0,225
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,76	0,16	0,00	0,00	0,000
DEĞERLENDİRME					
$s_s \leq 0,3\sigma_{pt}$	GEÇER	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	Alüminyum (Al) mg/kg		Bakır (Cu) mg/kg		Çinko (Zn) mg/kg		Krom (Cr) mg/kg		Nikel (Ni) mg/kg	
Kararlılık Testi Özeti	t1 (kontrol)	t2	t1 (kontrol)	t2	t1 (kontrol)	t2	t1 (kontrol)	t2	t1 (kontrol)	t2
Sıcaklık (~ °C)	-	22	-	22	-	22	-	22		
Süre (gün)	-	30	-	30	-	30	-	30		
n	20	4	20	4	20	4	20	4		
Ortalama	31,24	31,72	5,45	5,08	31,32	33,90	1,12	1,07	1,07	1,02
$ y_1 - y_2 $	-	0,482	-	0,375	-	2,57	-	0,046	-	0,045
$ y_1 - y_2 \leq 0,3\sigma_{pt} ?$	-	Geçer	-	-	-	-	-	Geçer	-	Geçer
Fark belirsizliği $2\sqrt{u^2(y_1) + u^2(y_2)}$	-	-	-	0,34	-	2,00	-	-	-	-
Genişletilmiş Kabul Ölçütü	-	-	-	0,53	-	2,87	-	-	-	-
$ y_1 - y_2 \leq 0,3\sigma_{pt} + 2\sqrt{u^2(y_1) + u^2(y_2)} ?$	-	-	-	Geçer	-	Geçer	-	-	-	-

3.3. DAĞITIM

Oda sıcaklığında bulunan buğday unu YT materyalleri 24/02/2025 tarihinde havalı zarflara konularak başvuran 48 katılımcıya aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ katılımcılara iletildi.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan buğday ununda bulunan Alüminyum (Al), Bakır (Cu), Çinko (Zn), Krom (Cr), ve Nikel (Ni) düzeylerini tespit etmeleri istenmiştir. Elde edilen sonuçların mg/kg olarak ‘**ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMUNA**’ kaydedilerek e-posta ile çevrim koordinatörüne gönderilmesi istenmiştir.

Yeterlilik testine katılım başvurusu yapan 48 laboratuvarın tamamı sonuç bildirmiştir. Alüminyum (Al), Bakır (Cu), Çinko (Zn), Krom (Cr), ve Nikel (Ni) elementleri için sırasıyla 36, 48, 47, 39 ve 39 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 [1].

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

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

$u(x_{pt})$: atanmış değeriın 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 [2].

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

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})

Alüminyum (Al) elementi için yeterlilik standart sapması olarak sağlam standart sapma (s^*) kullanılmıştır.

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

5.3.1. z-skoru

Alüminyum (Al), Bakır (Cu), Çinko (Zn), Krom (Cr), ve Nikel (Ni) 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 [3]:

$|z| \leq 2,0$ Uygun

$|z| > 2,0$ Uygun Değil

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR

MİN017 Buğday unu Alüminyum (Al), Bakır (Cu), Çinko (Zn), Krom (Cr), ve Nikel (Ni) analizi yeterlilik testi için bildirilen sonuçlardan performans değerlendirilmesi yapılmış ve z-skorları hesaplanmıştır.

5.4.1. Katılımcı z-skorları

Her bir element için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4’ de, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 5’de verilmektedir. Katılımcıların ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN017**’ ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 6’ da özetlenmektedir ve Şekil 1, 2, 3, 4 ve 5’de histogram ile gösterilmektedir.

Tablo 4. Her bir element için özet istatistik değerlendirmesi

	Alüminyum (Al)	Bakır (Cu)	Çinko (Zn)	Krom (Cr)	Nikel (Ni)
Sonuç sayısı	36	48	47	39	39
Sonuç aralığı (mg/kg)	20,3-33,17	1,259-5,78	17,24-34,5	0,537-1,71	0,651-4,789
Sonuçların ortancası (mg/kg)	26,5	5,10	29,8	1,25	0,977
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	26,7	5,02	29,8	1,23	1,06
Atanmış değer (mg/kg)	26,8	5,12	30,1	1,26	0,960
Belirsizlik $u(x_{pt})$ (mg/kg)	0,74	0,06	0,28	0,03	0,022
Sağlam Standart sapma (s^*) (mg/kg)	3,53	0,33	1,56	0,16	0,109
Y.T std sapma (σ_{pt}) (mg/kg)	3,53	0,64	2,89	0,19	0,155
Sağlam RSD %	13,1	6,4	5,1	12,6	11,3

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

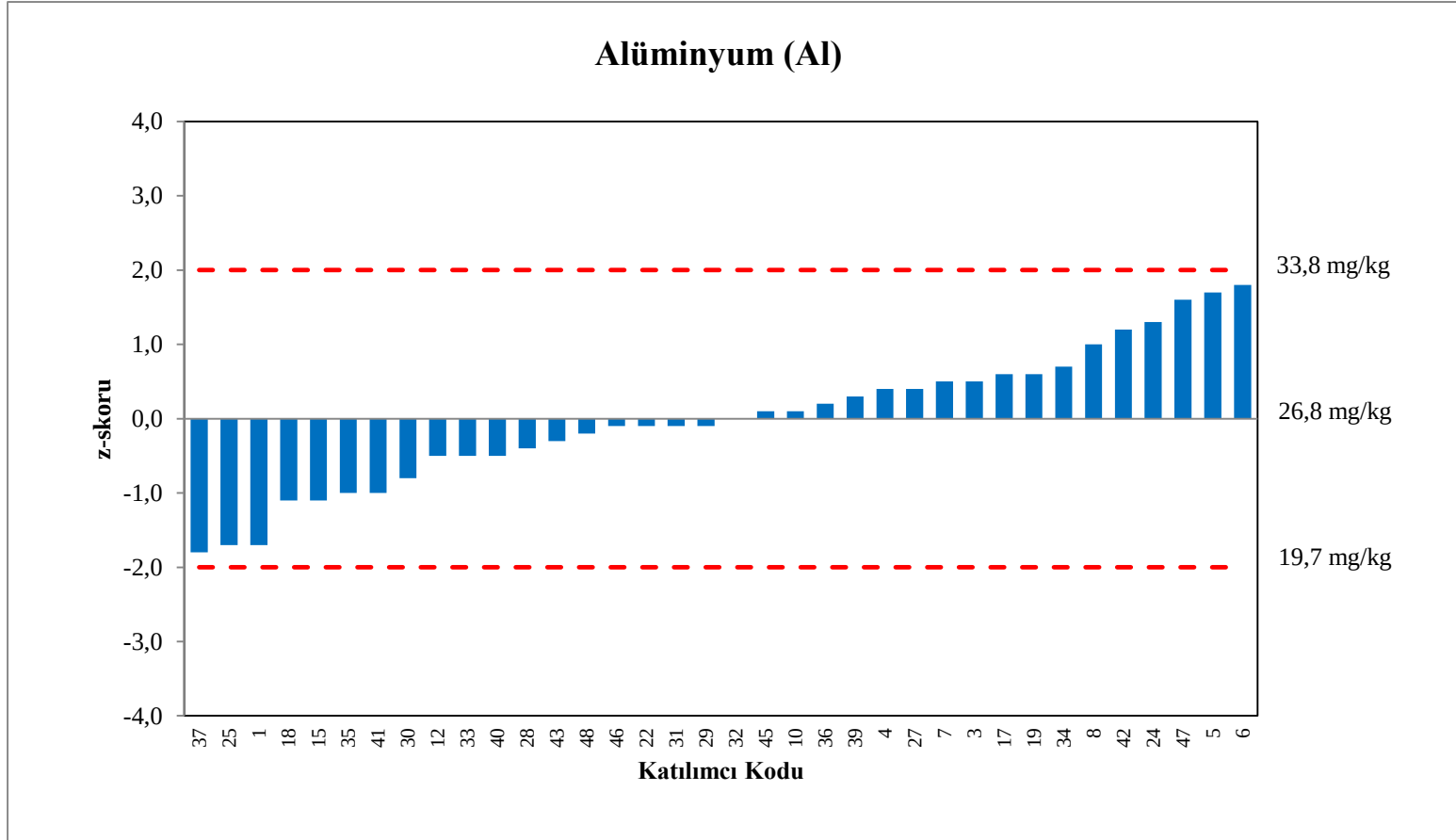
Element	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z \leq 2$ yüzdesi (%)
Alüminyum (Al)	36	36	% 100
Bakır (Cu)	47	48	% 98
Çinko (Zn)	46	47	% 98
Krom (Cr)	36	39	% 92
Nikel (Ni)	37	39	% 95

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

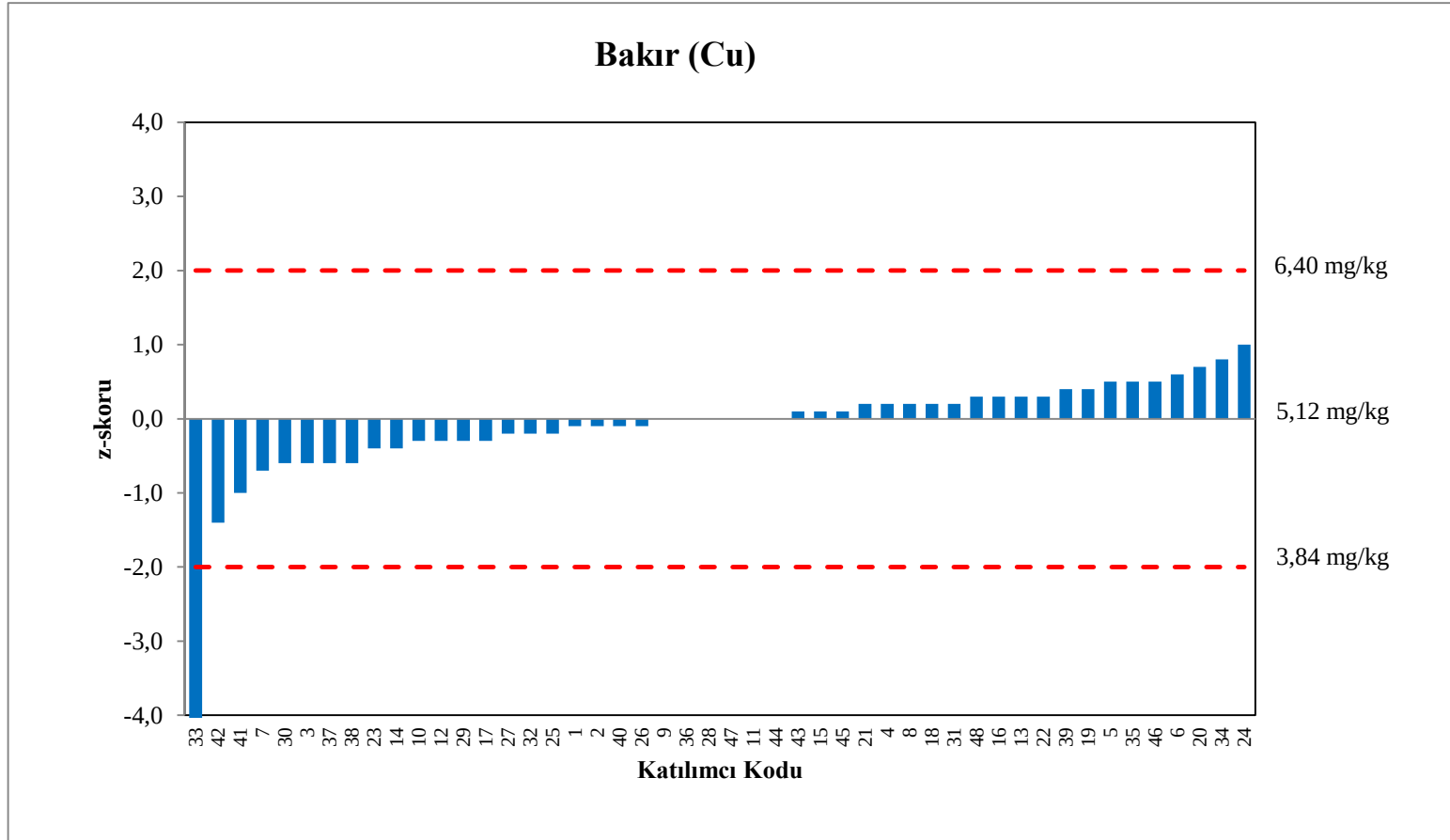
Lab Kodu	Alüminyum (Al)		Bakır (Cu)		Çinko (Zn)		Krom (Cr)		Nikel (Ni)	
	Atanmış Değer	26,8 (mg/kg)	Atanmış Değer	5,12 (mg/kg)	Atanmış Değer	30,1 (mg/kg)	Atanmış Değer	1,26 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,960 (mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
1	20,846	-1,7	5,059	-0,1	31,208	0,4	0,537	-3,7	0,651	-2,0
2	Sonuç Bildirmedi		5,06	-0,1	28,91	-0,4	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
3	28,4	0,5	4,71	-0,6	34,5	1,5	1,23	-0,1	0,73	-1,5
4	28,21	0,4	5,23	0,2	29,51	-0,2	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
5	32,85	1,7	5,42	0,5	32,74	0,9	1,40	0,7	1,15	1,2
6	33,17	1,8	5,51	0,6	29,98	0,0	1,25	0,0	1,10	0,9
7	28,38	0,5	4,65	-0,7	29,78	-0,1	1,15	-0,5	0,74	-1,4
8	30,4	1,0	5,24	0,2	29,8	-0,1	1,2	-0,3	1,03	0,5
9	Sonuç Bildirmedi		5,09	0,0	29,77	-0,1	Sonuç Bildirmedi		0,89	-0,5
10	27,2	0,1	4,9	-0,3	28,95	-0,4	1,31	0,3	0,95	-0,1
11	Sonuç Bildirmedi		5,146	0,0	17,240	-4,5	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
12	24,89	-0,5	4,90	-0,3	29,40	-0,2	1,09	-0,9	0,9	-0,4
13	Sonuç Bildirmedi		5,31	0,3	30,87	0,3	1,42	0,8	Sonuç Bildirmedi	
14	Sonuç Bildirmedi		4,89	-0,4	29,9	-0,1	1,33	0,4	0,98	0,1
15	22,98	-1,1	5,20	0,1	32,16	0,7	1,62	1,9	1,13	1,1
16	Sonuç Bildirmedi		5,30	0,3	31,25	0,4	1,71	2,3	1,04	0,5
17	28,8	0,6	4,93	-0,3	29,27	-0,3	1,18	-0,4	0,88	-0,5
18	22,77	-1,1	5,251	0,2	31,595	0,5	1,336	0,4	0,944	-0,1
19	28,878	0,6	5,388	0,4	30,811	0,2	1,316	0,3	0,994	0,2
20	Sonuç Bildirmedi		5,58	0,7	33,03	1,0	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
21	Sonuç Bildirmedi		5,217	0,2	30,726	0,2	1,255	0,0	0,977	0,1
22	26,334	-0,1	5,324	0,3	29,596	-0,2	1,230	-0,1	1,065	0,7
23	Sonuç Bildirmedi		4,853	-0,4	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
24	31,4	1,3	5,78	1,0	32,6	0,9	0,83	-2,2	1,43	3,0
25	20,71	-1,7	5,01	-0,2	32,30	0,8	1,25	0,0	0,990	0,2
26	Sonuç Bildirmedi		5,08	-0,1	30,124	0,0	Sonuç Bildirmedi		Tespit Edilemedi	
27	28,33	0,4	4,97	-0,2	29,41	-0,2	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
28	25,45	-0,4	5,10	0,0	26,87	-1,1	1,33	0,4	1,00	0,3
29	26,40	-0,1	4,91	-0,3	28,87	-0,4	1,22	-0,2	1,01	0,3
30	24	-0,8	4,7	-0,6	30	0,0	1,4	0,7	1,0	0,3
31	26,36	-0,1	5,27	0,2	29,65	-0,2	1,28	0,1	1,04	0,5
32	26,7	0,0	4,98	-0,2	29,3	-0,3	1,25	0,0	0,904	-0,4

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

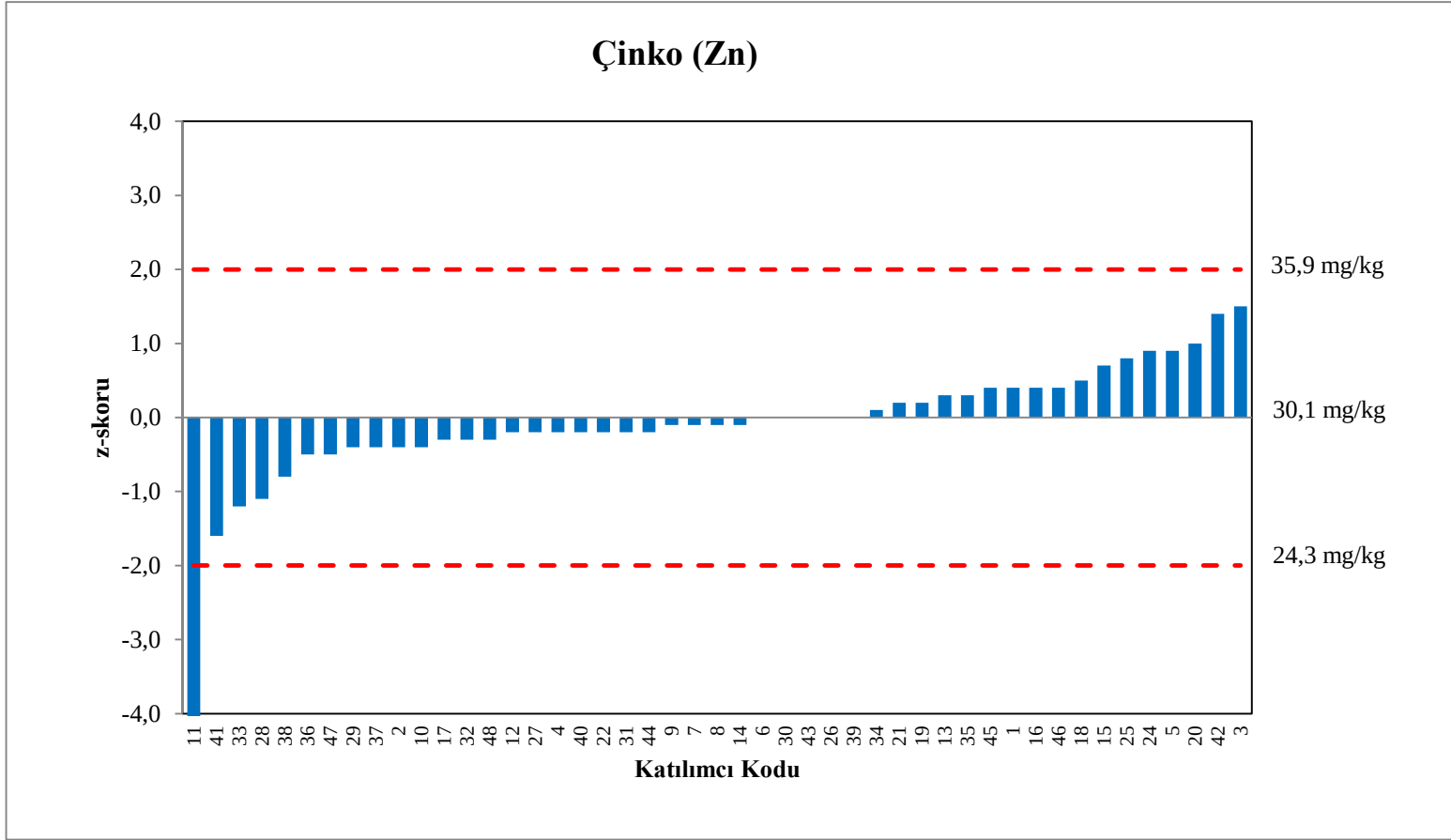
Lab Kodu	Alüminyum (Al)		Bakır (Cu)		Çinko (Zn)		Krom (Cr)		Nikel (Ni)	
	Atanmış Değer	26,8 (mg/kg)	Atanmış Değer	5,12 (mg/kg)	Atanmış Değer	30,1 (mg/kg)	Atanmış Değer	1,26 (mg/kg)	Atanmış Değer	0,959 (mg/kg)
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
33	24,914	-0,5	1,259	-6,0	26,695	-1,2	0,987	-1,4	4,789	24,8
34	29,13	0,7	5,62	0,8	30,51	0,1	1,12	-0,7	1,03	0,5
35	23,16	-1,0	5,42	0,5	31,04	0,3	1,24	-0,1	0,98	0,1
36	27,47	0,2	5,09	0,0	28,56	-0,5	1,22	-0,2	0,930	-0,2
37	20,3	-1,8	4,73	-0,6	28,9	-0,4	1,16	-0,5	0,96	0,0
38	Sonuç Bildirmedi		4,75	-0,6	27,80	-0,8	1,45	1,0	0,97	0,1
39	27,8	0,3	5,38	0,4	30,2	0,0	1,45	1,0	1,04	0,5
40	25,17	-0,5	5,06	-0,1	29,53	-0,2	1,26	0,0	0,97	0,1
41	23,33	-1,0	4,49	-1,0	25,45	-1,6	1,34	0,4	0,84	-0,8
42	30,963	1,2	4,198	-1,4	34,110	1,4	1,318	0,3	0,848	-0,7
43	25,59	-0,3	5,16	0,1	30,08	0,0	1,14	-0,6	0,95	-0,1
44	Sonuç Bildirmedi		5,147	0,0	29,657	-0,2	Sonuç Bildirmedi		Sonuç Bildirmedi	
45	26,99	0,1	5,21	0,1	31,13	0,4	1,01	-1,3	0,90	-0,4
46	26,32	-0,1	5,43	0,5	31,27	0,4	1,21	-0,2	1,03	0,5
47	32,46	1,6	5,11	0,0	28,75	-0,5	1,36	0,5	0,914	-0,3
48	26,08	-0,2	5,29	0,3	29,30	-0,3	0,90	-1,8	0,77	-1,2



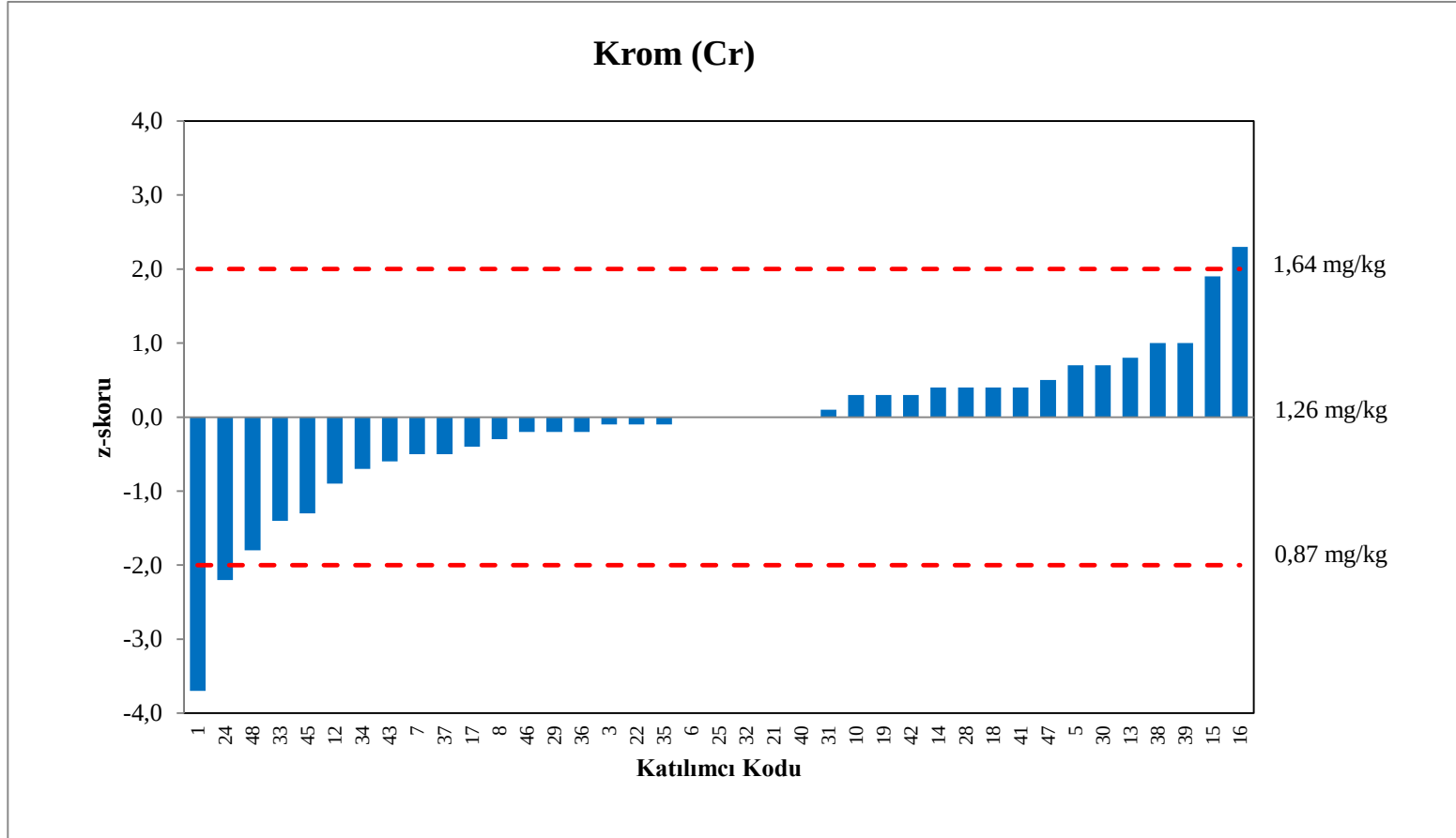
Şekil 1. Alüminyum (Al) z-skorları histogramı



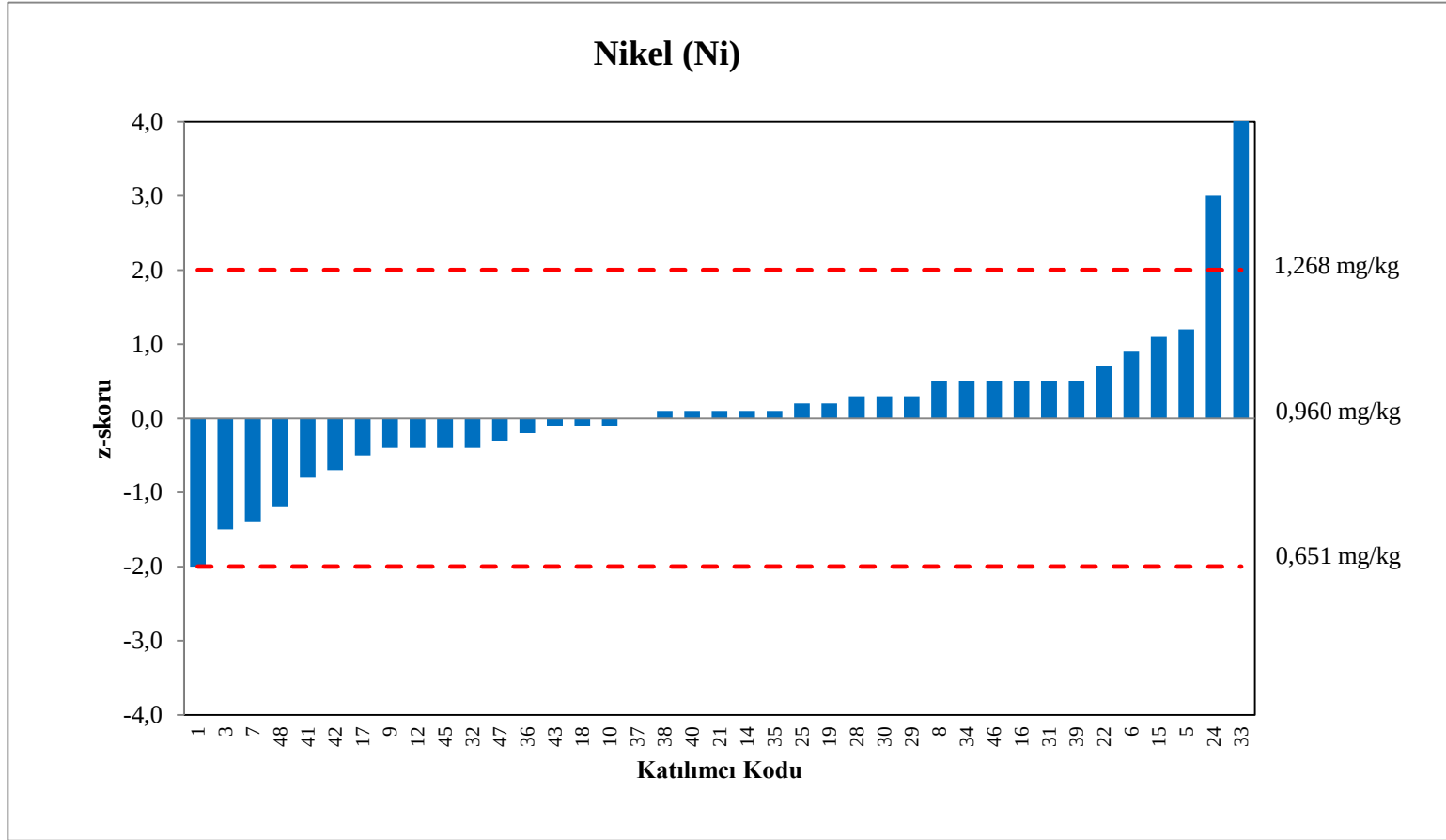
Şekil 2. Bakır (Cu) z-skorları histogramı



Şekil 3. Çinko (Zn) z-skorları histogramı



Şekil 4. Krom (Cr) z-skorları histogramı



Şekil 5. Nikel (Ni) z-skorları histogram

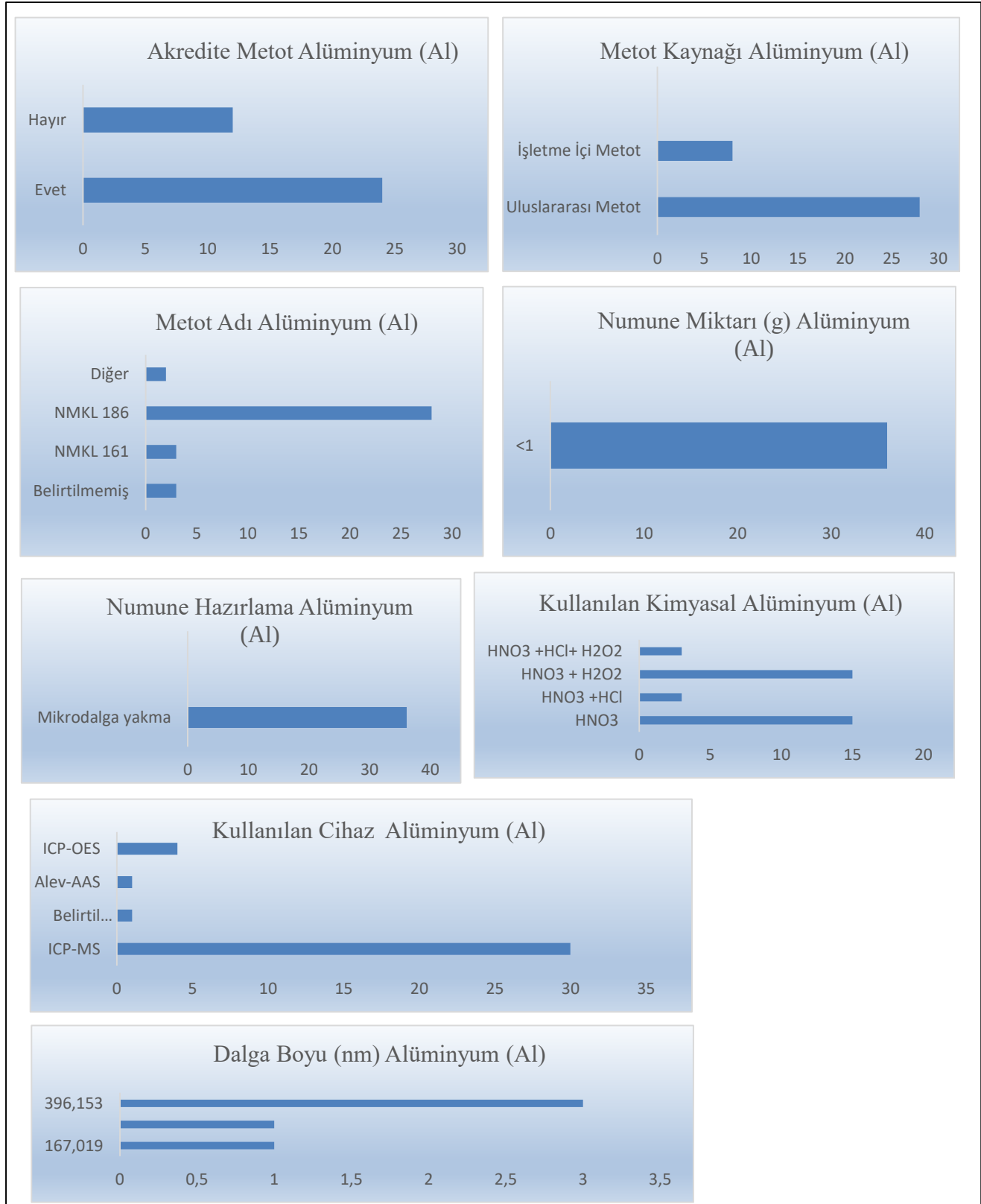
Tablo 7. Katılımcı yorumları

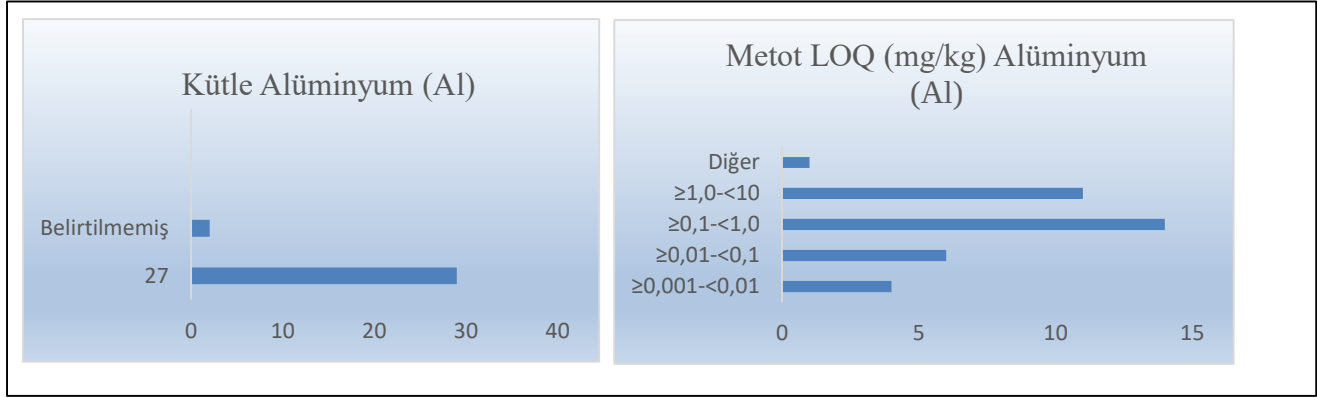
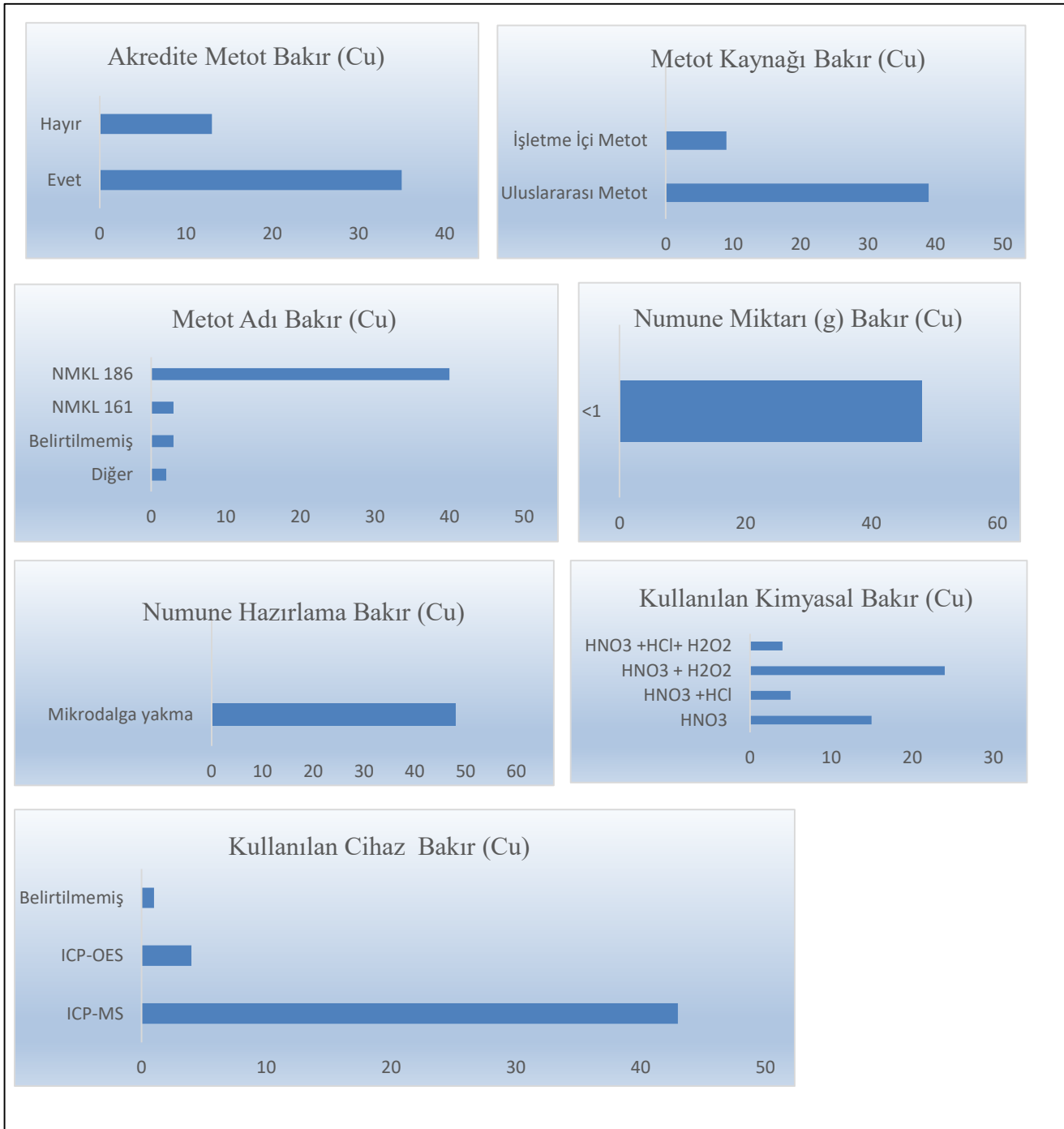
Lab Kodu	Yorum*
36	Katılımcı Bilgilendirme Formu'nda yer alan "Yeterlilik Test Materyali rutin analize gelen numune gibi işleme alınmalıdır", bilgisine istinaden analiz sonuçları geri kazanıma göre düzeltilerek verilmiştir. Ham data Al=27.30 ppm (%GK=99,4) , Ham data Cr=1,23 ppm (%GK=100,6),Ham data Cu =5,08 ppm (%GK=99,91), Ham data Zn=28,4 ppm (%GK=99,44), Ham data Ni=0,896 ppm (%GK=96,37)
45	Katılımcı kodu :45

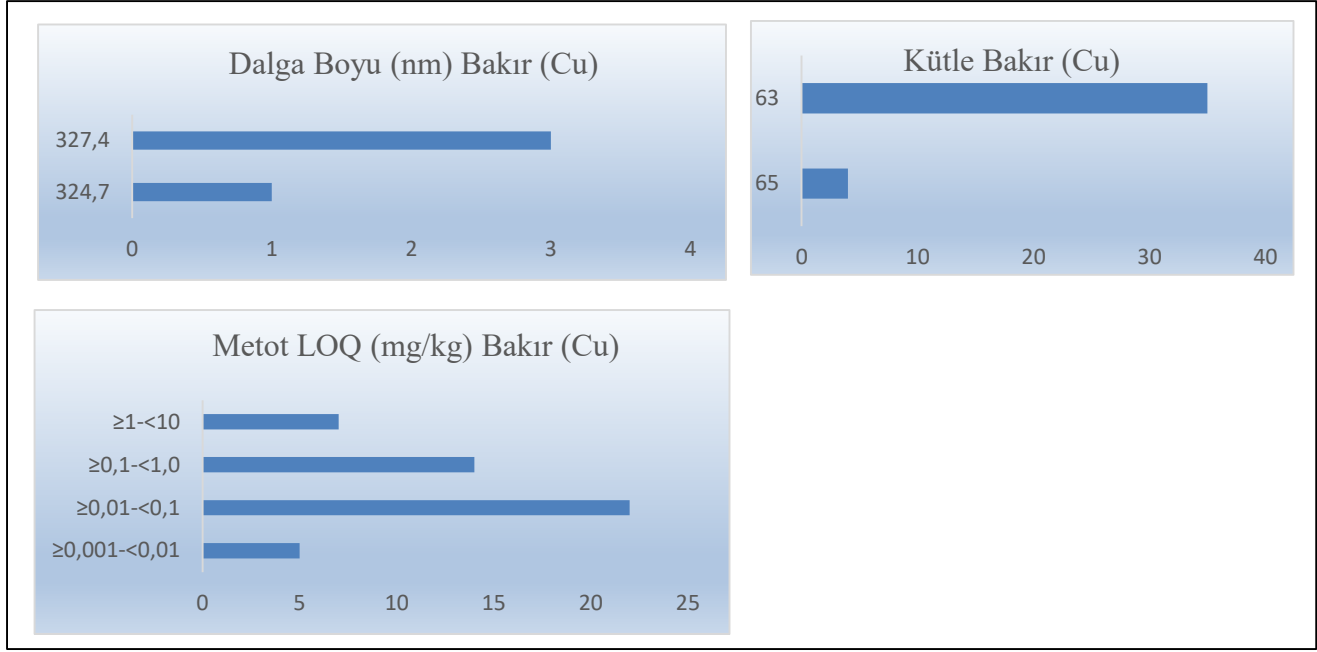
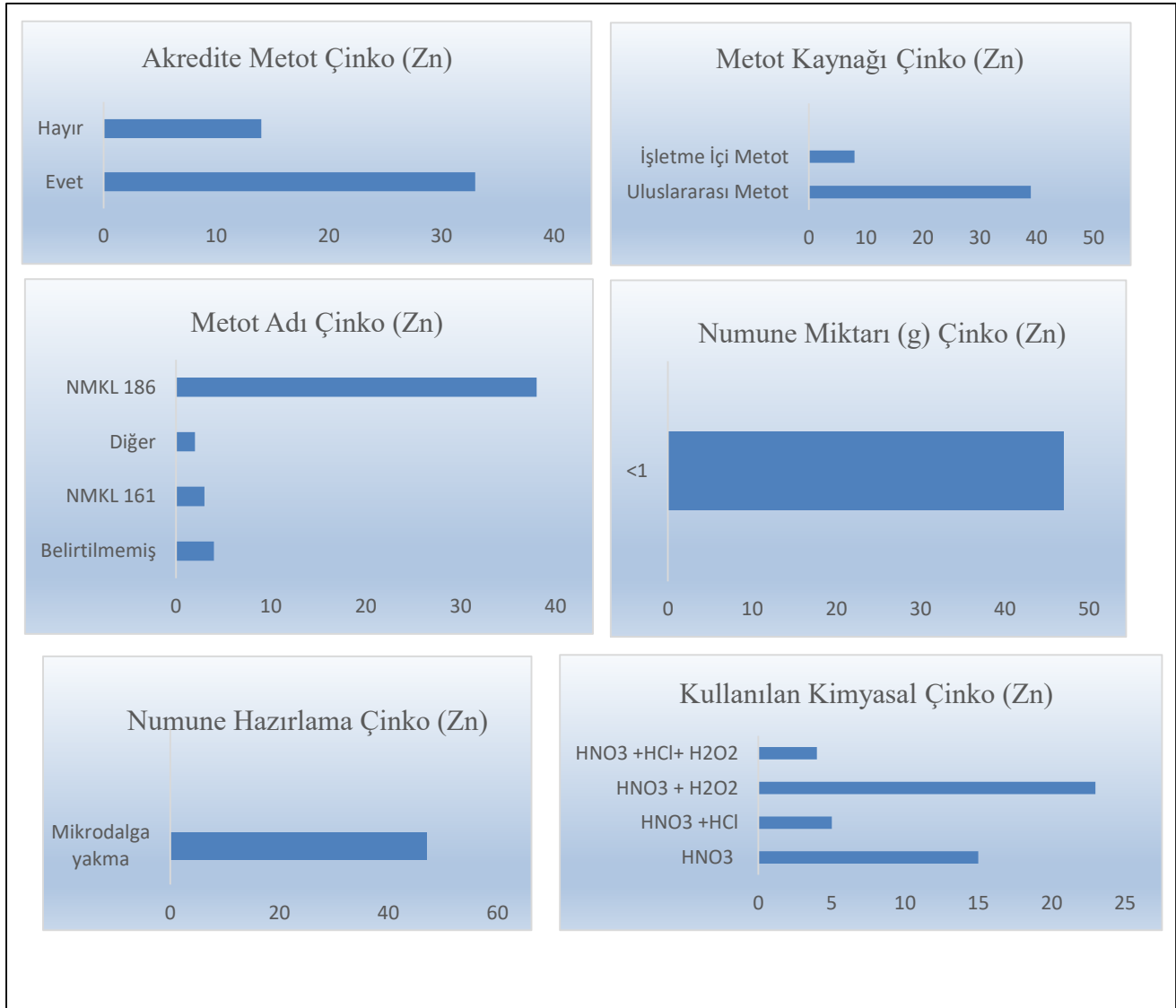
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

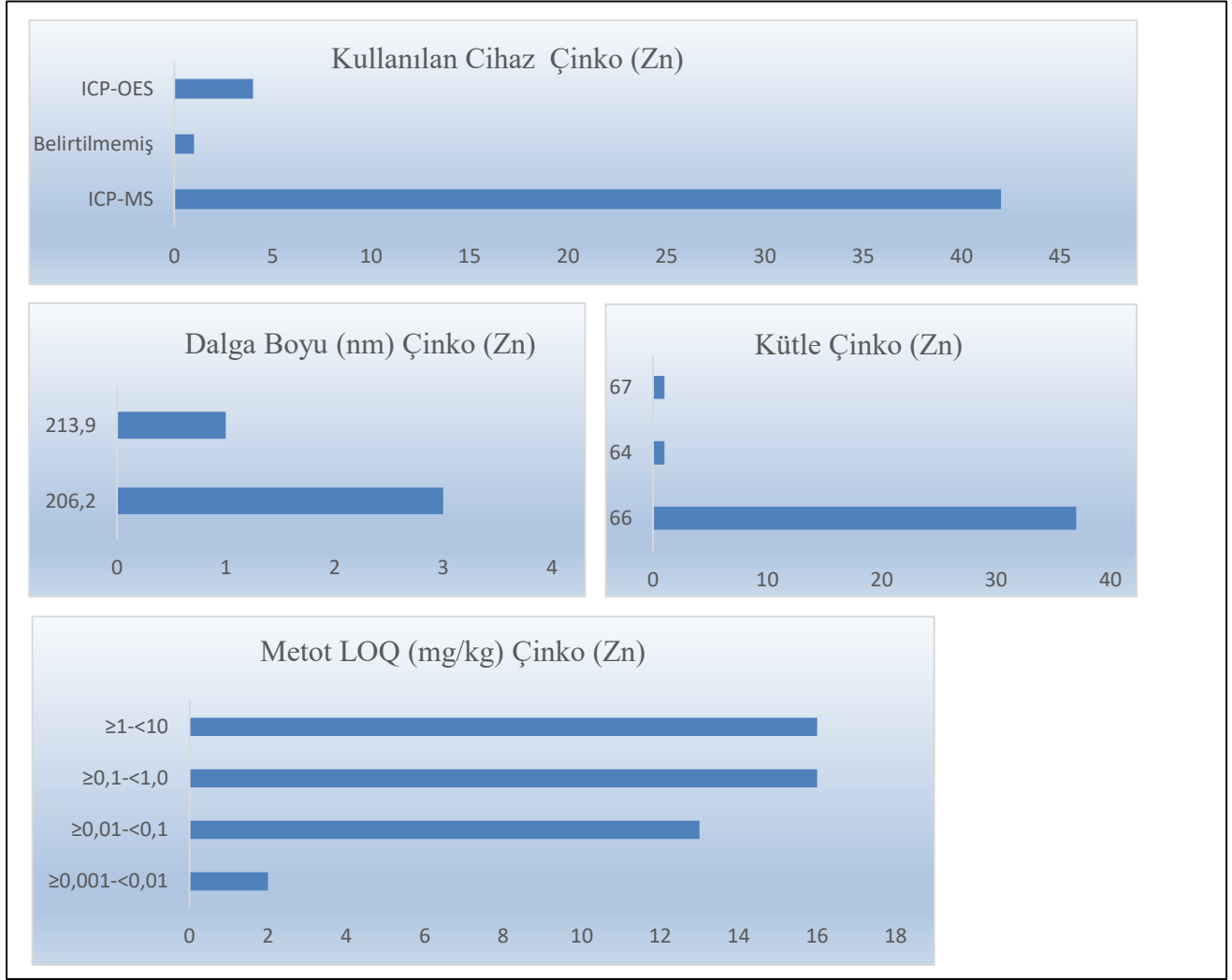
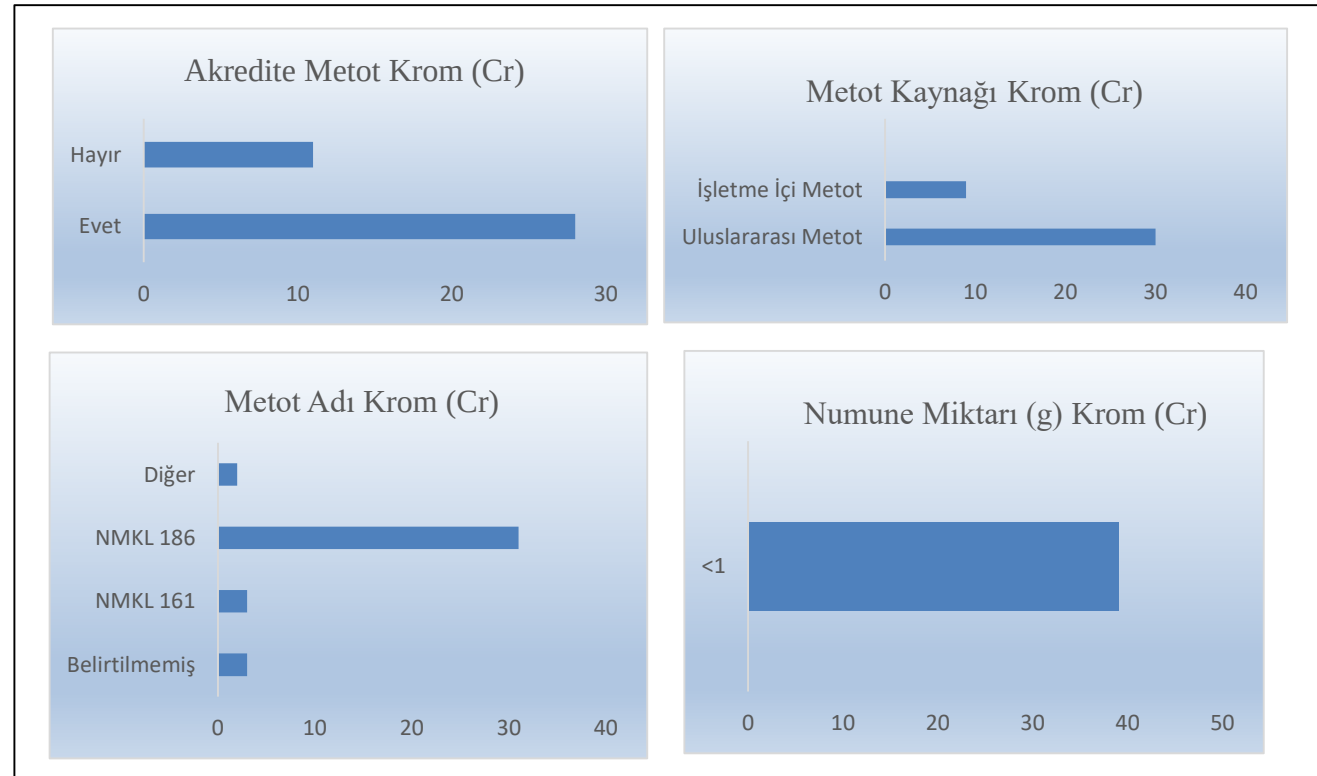
YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU' ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgilerine yönelik katılımcıların beyanları özetlenerek Tablo 8,9,10,11 ve Tablo 12'de grafiklerde özetlenerek gösterilmektedir.

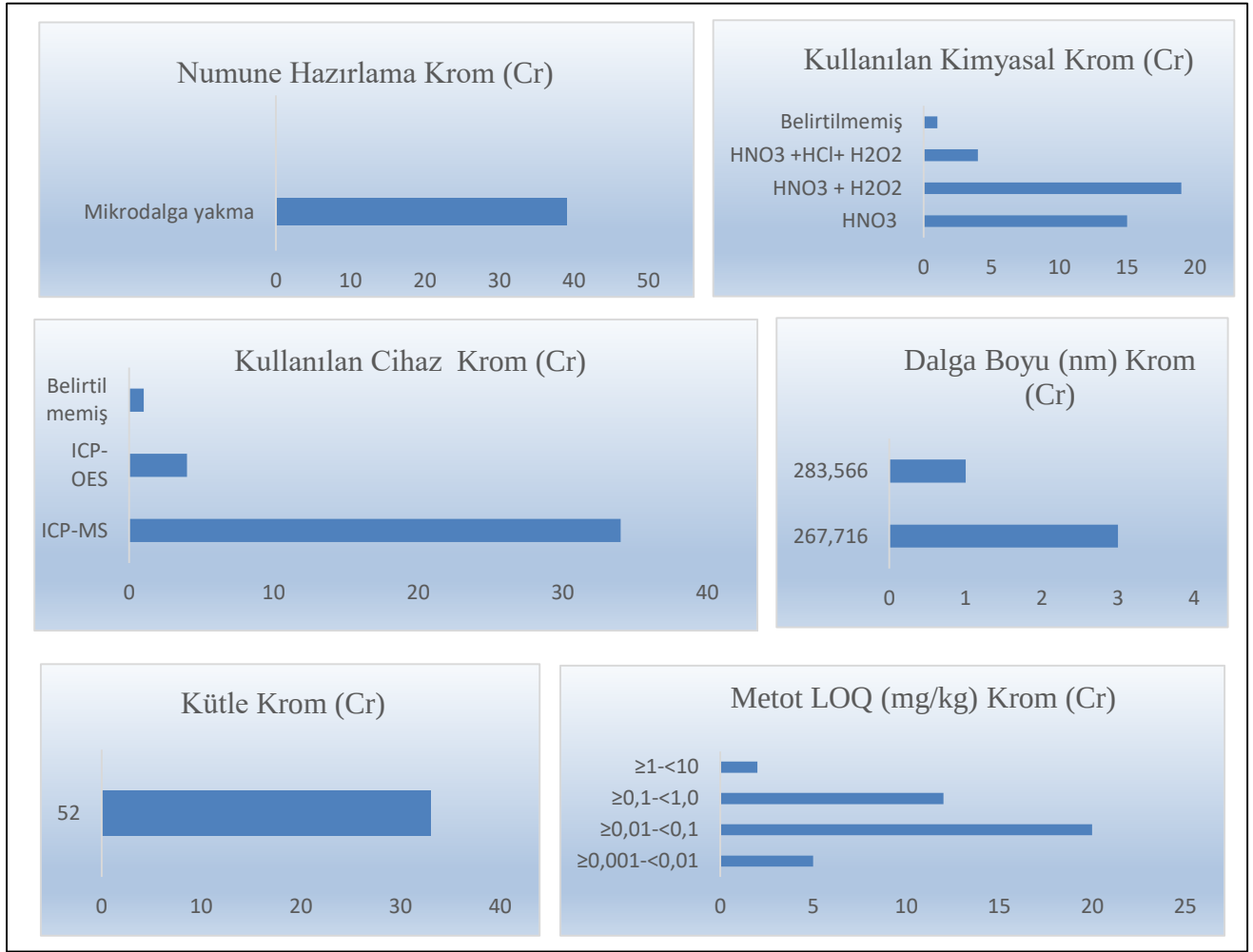
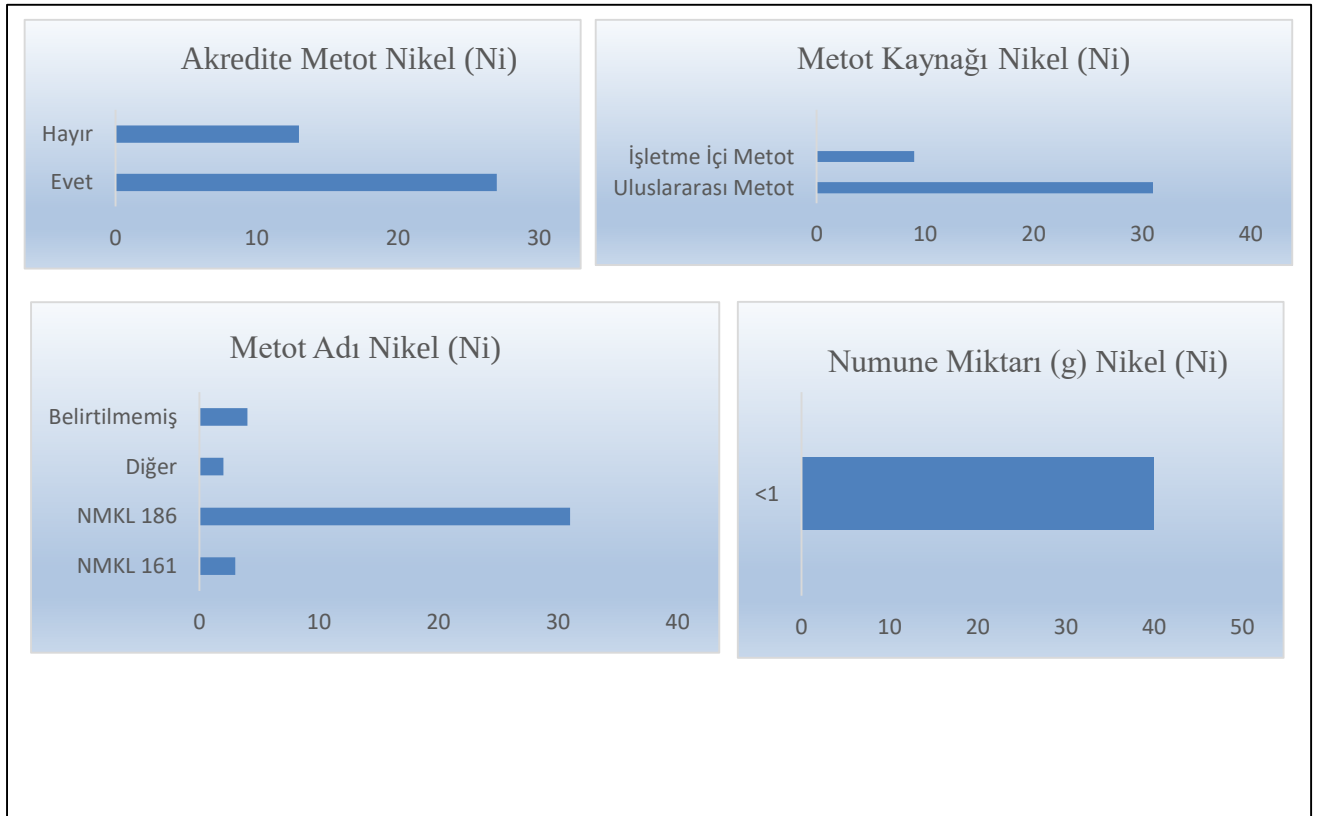
Tablo 8. Analiz bilgileri özet grafikleri (Alüminyum)

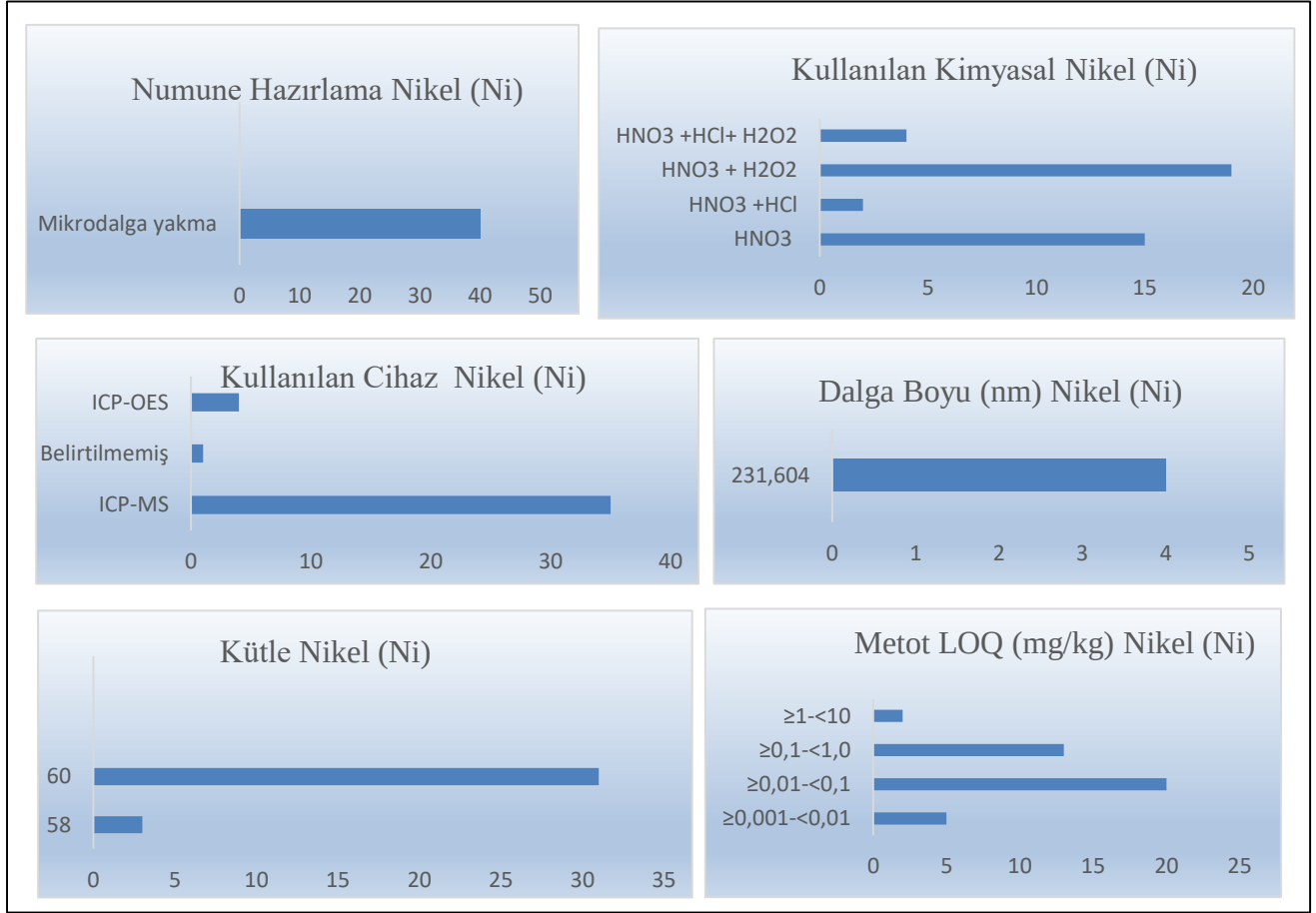


**Tablo 9.** Analiz bilgileri özet grafikleri (Bakır)

**Tablo 10.** Analiz bilgileri özet grafikleri (Çinko)

**Tablo 11.** Analiz bilgileri özet grafikleri (Krom)

**Tablo 12.** Analiz bilgileri özet grafikleri (Nikel)



7. GÖZLEMLER

Yurtiçinde kamu ve özel gıda kontrol laboratuvarların başvurusu ile toplam 48 katılımcı ile düzenlenen MİN017 çevrimine tüm katılımcılar sonuç göndermiştir. Katılımcıların z-skoru yönünden başarı yüzdesi Alüminyum (Al) için % 100 , Bakır (Cu) için % 98 Çinko (Zn) için % 98, Krom (Cr) için 92 ve Nikel (Ni) için % 95 olmuştur. Çevrim sonucunda katılımcılardan 1 tanesi Bakır (Cu) elementi analizinde, 1 tanesi Çinko (Zn) elementi analizinde, 3 tanesi Krom (Cr) elementi analizinde, 2 tanesi Nikel (Ni) elementi analizinde uygun olmayan z-skor almıştır.

Nikel analizi ile ilgili olarak şu an için TGK mevzuatımızda Bulaşanlar Yönetmeliğinde Nikel (Ni) yer almamaktadır. Fakat Avrupa Birliği mevzuatına Temmuz 2025 tarihinden itibaren girmesi beklenmektedir. İleriki süreçte ülkemizin de TGK mevzuatına Nikel (Ni) elementine ait limit değerlerin girmesi beklenmektedir. MİN017 YT çevriminde Nikel (Ni) elementine ait başarı oranı oldukça yüksektir. Bu durum da gıda ürünlerinde Nikel (Ni) elementi analizinin laboratuvarlarımız tarafından başarılı şekilde gerçekleştirildiğini göstermektedir.

Alüminyum (Al) analizi ile ilgili olarak YT materyalinin homojenlik ortalaması sonucunun laboratuvarımız tarafından yaklaşık 30 mg/kg olarak bulunmuştur. Fakat sonuçlar incelendiğinde laboratuvarlarımızın bir kısmının daha düşük sonuçlar (20 mg/kg civarı) verdiği tespit edilmiştir. Gıdalarda Alüminyum (Al) analizi ile ilgili TS EN 17264 metodunun kullanılması önem arz etmektedir.

Özellikle mikrodalga fırında parçalama işlemi yapılır iken en az 200°C sıcaklığa ulaşılması Alüminyum (Al) elementinin etkin bir şekilde geri kazanımının elde edilebilmesi için zaruridir. Ayrıca Avrupa Birliği Element Analizleri Referans Laboratuvarı'nın (EURL-MN) konuya ilişkin uygulama notu incelendiğinde Alüminyum (Al) analizi ile ilgili olarak mikrodalga fırın sıcaklığının 240-280°C arasında kullanılmasının önerildiği görülmektedir [4]. Bu sıcaklığın altında gerçekleşen mikrodalga parçalama işleminde daha düşük Alüminyum (Al) geri kazanım değerlerinin elde edileceği düşünülmektedir.

8. REFERANSLAR

- 1 ISO 13528 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.
- 3 TÜRKAK- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü, Rev.No:12 -21.11.2023
- 4 Determination of Aluminium in Food by ICP-MS Influence of Microwave Digestion Parameters on the Recovery. https://orbit.dtu.dk/files/309584178/Pages_from_BoA_web.pdf (Erişim Tarihi:15.04.2025)