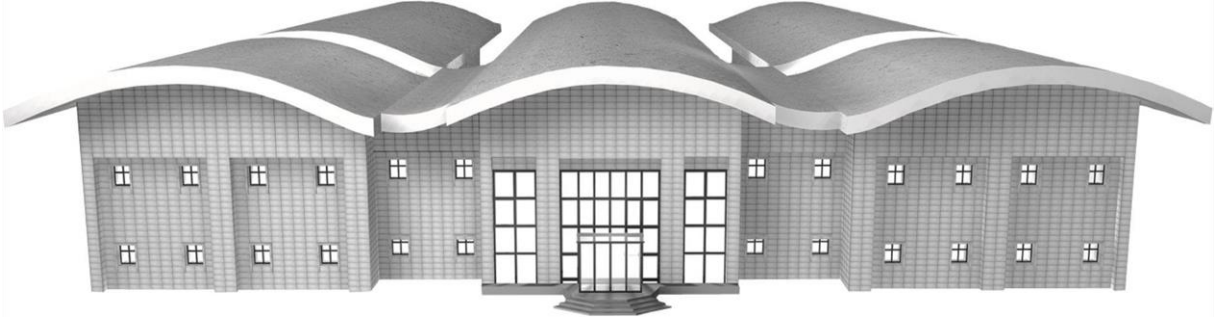




T.C.
TARIM VE ORMAN BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**MİN018 Yem Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As), Civa (Hg)
Analizi**
UGRL YT Raporu- MİN018
NİSAN-HAZİRAN 2025

GENEL BİLGİLER

YT Çevrim Kodu ve Adı: MİN018 Yem Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As), Civa (Hg) Analizi

Test Materyali Gönderim Tarihi: 14/04/2025

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 16/05/2025

Rapor Yayın Tarihi: 11/06/2025

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

Çevrim Koordinatörü:
Dr. Y. Özlem ALİFAKI
Mineral Madde Bölümü

YT Koordinatörü V.:
Dr. Gülin 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	18
7. GÖZLEMLER	26
8. REFERANSLAR	26

TABLolar

Tablo 1. Yem Pb, Cd, As, Hg 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.....	17
Tablo 8. Analiz bilgileri özet grafikleri Kurşun (Pb).....	18
Tablo 9. Analiz bilgileri özet grafikleri Kadmiyum (Cd).....	20
Tablo 10. Analiz bilgileri özet grafikleri Arsenik (As).....	22
Tablo 11. Analiz bilgileri özet grafikleri Civa (Hg).....	24

ŞEKİLLER

Şekil 1. Kurşun (Pb) z-skorları histogramı.....	13
Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorları histogramı.....	14
Şekil 3. Arsenik (As) z-skorları histogramı.....	15
Şekil 4. Civa (Hg) z-skorları histogramı.....	16

ÖZET

Laboratuvar Müdürlüğümüz (UGRL) tarafından ülkemiz genelinde kamu ve özel laboratuvar olmak üzere elli beş (55) laboratuvarın katılımı ile “MİN018 Yem Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As), Civa (Hg) Analizi” yeterlilik test çevrimi düzenlenmiştir.

Çevrim için başvuruda bulunan 55 katılımcıya, 14/04/2025 tarihinde katılımcı laboratuvar kodlarının bulunduğu ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 50 g test materyali gönderilmiştir.

Katılımcılardan test materyalinde yer alan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As), Civa (Hg) 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. 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$
Kurşun (Pb)	22,09	51	45	88
Kadmiyum (Cd)	1,41	50	48	96
Arsenik (As)	1,75	50	48	96
Civa (Hg)	1,23	50	49	98

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 3,50 kg yem kullanıldı. Materyale herhangi bir zenginleştirme yapılmayıp tüm elementler doğal halinde bırakıldı. Yem parçalayıcıda öğütüldükten sonra 500 µm elekten geçirildi. Daha sonra toz karıştırıcıda karıştırılıp homojen hale getirildi. Yem yeterlilik test materyali kaplarına en az 50 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 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	23,66	1,18	1,33	1,37
Sdt. Sapma	7,09	0,06	0,07	0,07
σ_{pt}	2,22	0,21	0,26	0,19
Kritik değer ($0,3\sigma_{pt}$)	0,66	0,06	0,08	0,06
s_w (örnek-içi std. sapma)	7,09	0,06	0,07	0,07
s_x (örnek ort. std. sapması)	4,53	0,03	0,07	0,06
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,00	0,00	0,06	0,04
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	
Kararlılık Testi Özeti	t1 (kontrol)	t2	t1 (kontrol)	t2	t1 (kontrol)	t2	t1 (kontrol)	t2
Sıcaklık (~ °C)	-	22	-	22	-	22	-	22
Süre (gün)	-	41	-	41	-	41	-	41
n	20	4	20	4	20	4	20	4
Ortalama	23,66	26,75	1,18	1,18	1,33	1,29	1,37	1,36
$ y_1 - y_2 $	-	3,09	-	0,003	-	0,045	-	0,012
$ y_1 - y_2 \leq 0,3\sigma_{pt}$?	-	-	-	Geçer	-	Geçer	-	Geçer
Fark belirsizliği $2\sqrt{u^2(y_1) + u^2(y_2)}$	-	3,51	-	-	-	-	-	-
Genişletilmiş Kabul Ölçütü	-	4,17	-	-	-	-	-	-
$ 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 yem YT materyalleri 14/04/2025 tarihinde havalı zarflara konularak başvuran 55 katılımcıya aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu ‘KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU’ katılımcılara iletildi.

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan yemde bulunan Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As), ve Civa (Hg) 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 55 laboratuvarın 4 tanesi Kurşun (Pb) ve 5 tanesi de diğer elementlerde sonuç bildirmemiştir. Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As), ve Civa (Hg) elementleri için sırasıyla 51, 50, 50 ve 50 sonuçtan atanmış değer hesaplanmıştır.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değer ve atanmış değerın standart belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından belirlenen uzlaşi 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 uzlaşi 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 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 [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})

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 [3]:

$|z| \leq 2,0$ Uygun

$|z| > 2,0$ Uygun Değil

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE SKORLAR

MİN018 Yem Kurşun (Pb), Kadmiyum (Cd), Arsenik (As), ve Civa (Hg) analizi yeterlilik testi için bildirilen sonuçlardan performans değerlendirilmesi yapılmış ve z-skorumları hesaplanmıştır.

5.4.1. Katılımcı z-skorum

Her bir element için özet istatistik değerdendirmesi Tablo 4’ de, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 5’de verilmektedir. Katılımcıların ‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİN018’ ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorum ile birlikte Tablo 6’ da özetlenmektedir ve Şekil 1, 2, 3 ve 4’de histogram ile gösterilmektedir.

Tablo 4. Her bir element için özet istatistik değerdendirmesi

	Kurşun (Pb)	Kadmiyum (Cd)	Arsenik (As)	Civa (Hg)
Sonuç sayısı	51	50	50	50
Sonuç aralığı (mg/kg)	1,87-60,49	0,91-2,44	1,00-2,69	0,88-1,76
Sonuçların ortancası (mg/kg)	22,05	1,41	1,75	1,21
Sonuçların ortalaması (mg/kg)	22,36	1,43	1,76	1,24
Atanmış değeri (mg/kg)	22,09	1,41	1,75	1,23
Belirsizlik $u(x_{pt})$ (mg/kg)	0,44	0,02	0,03	0,02
Sağlam Standart sapma (s^*) (mg/kg)	2,54	0,13	0,16	0,11
Y.T std sapma (σ_{pt}) (mg/kg)	2,22	0,21	0,26	0,19
Sağlam RSD %	11,5	9,2	9,1	8,9

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

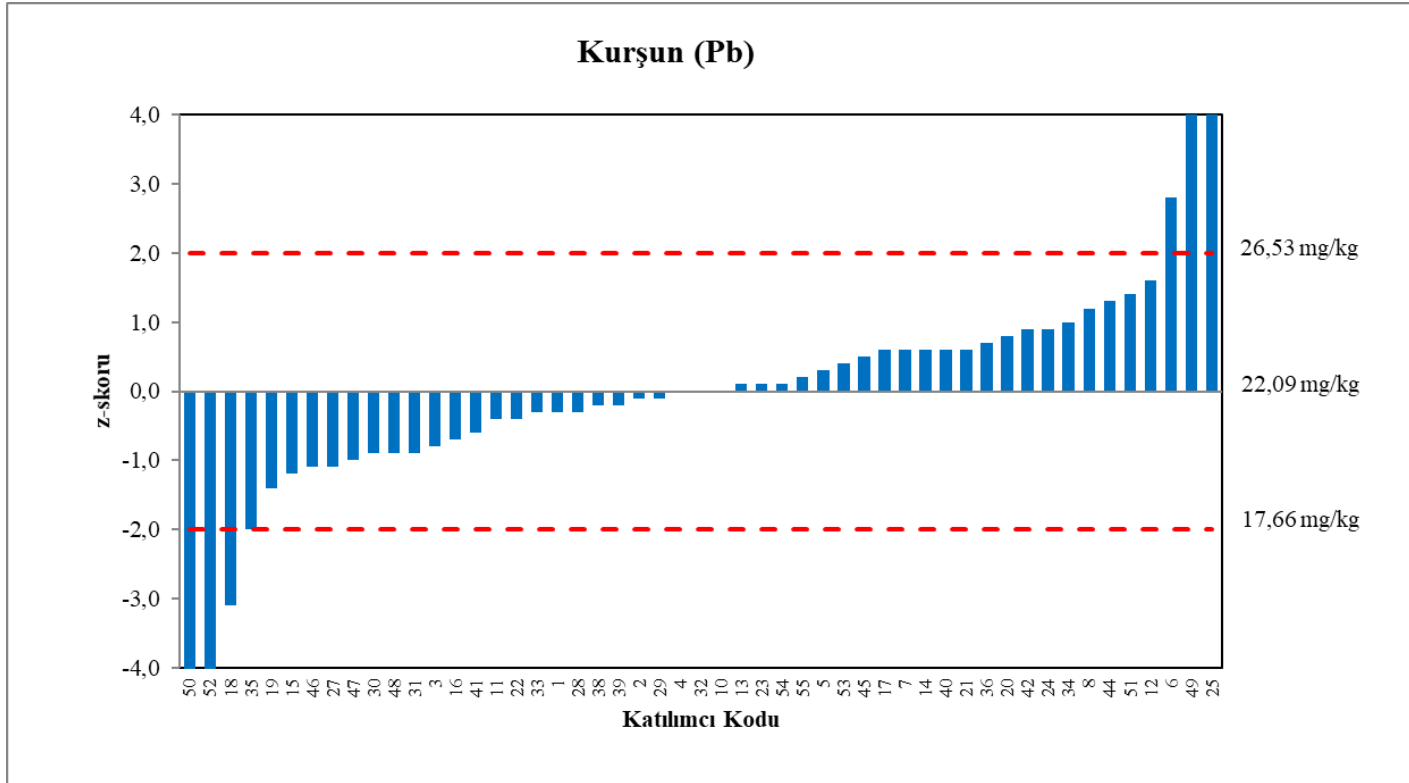
Element	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z \leq 2$ yüzdesi (%)
Kurşun (Pb)	45	51	% 88
Kadmiyum (Cd)	48	50	% 96
Arsenik (As)	48	50	% 96
Civa (Hg)	49	50	% 98

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

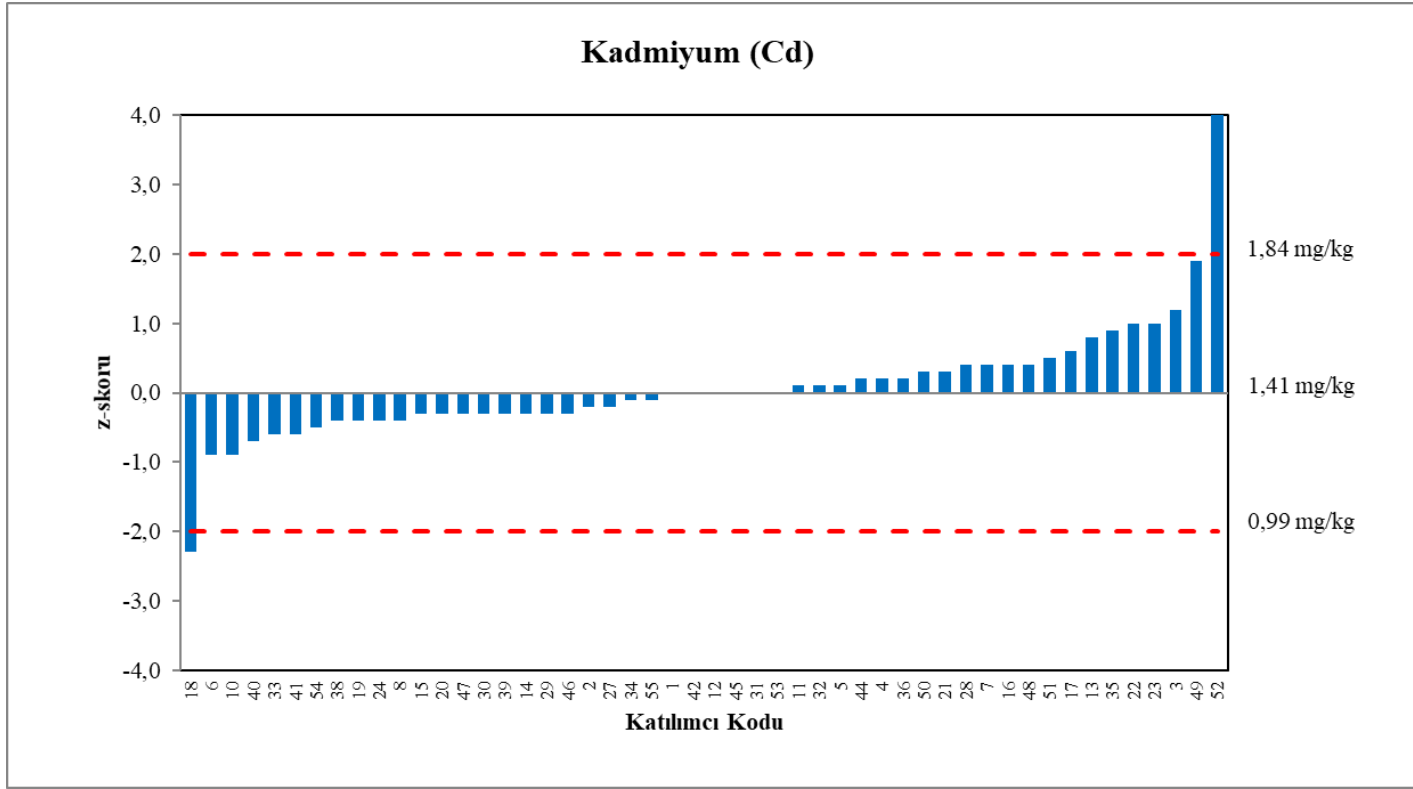
Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)		Civa (Hg)	
	Atanmış Değer	22,09 mg/kg	Atanmış Değer	1,41 mg/kg	Atanmış Değer	1,75 mg/kg	Atanmış Değer	1,23 mg/kg
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
1	21,51	-0,3	1,41	0,0	1,5	-1,0	1,04	-1,0
2	21,818	-0,1	1,361	-0,2	1,863	0,4	1,226	0,0
3	20,26	-0,8	1,68	1,2	1,92	0,6	1,24	0,1
4	22,04	0,0	1,45	0,2	1,73	-0,1	1,21	-0,1
5	22,8	0,3	1,44	0,1	1,9	0,6	1,33	0,5
6	28,23	2,8	1,22	-0,9	1,5	-1,0	1,42	1,0
7	23,4	0,6	1,51	0,4	1,78	0,1	1,3	0,4
8	24,744	1,2	1,338	-0,4	1,594	-0,6	1,522	1,5
9	Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi	
10	22,07	0,0	1,227	-0,9	1,847	0,4	1,328	0,5
11	21,16	-0,4	1,43	0,1	1,66	-0,4	1,15	-0,4
12	25,707	1,6	1,415	0,0	1,603	-0,6	1,392	0,8
13	22,344	0,1	1,577	0,8	1,89	0,5	1,335	0,5
14	23,431	0,6	1,352	-0,3	1,813	0,2	1,267	0,2
15	19,5	-1,2	1,34	-0,3	1,67	-0,3	1,17	-0,3
16	20,6	-0,7	1,51	0,4	1,96	0,8	1,45	1,2
17	23,35	0,6	1,54	0,6	1,75	0,0	1,25	0,1
18	15,2	-3,1	0,91	-2,3	2,13	1,5	1,07	-0,8
19	19	-1,4	1,329	-0,4	1,687	-0,3	1,211	-0,1
20	23,81	0,8	1,34	-0,3	1,8	0,2	1,24	0,1
21	23,497	0,6	1,477	0,3	1,614	-0,5	1,191	-0,2
22	21,277	-0,4	1,624	1,0	1,81	0,2	1,348	0,6
23	22,387	0,1	1,628	1,0	1,957	0,8	1,417	1,0
24	24,2	0,9	1,33	-0,4	1,6	-0,6	1,21	-0,1
25	60,488	17,3	Sonuç bildirmedi		1,0009	-2,9	1,591	1,9
26	Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi	
27	19,65	-1,1	1,37	-0,2	1,63	-0,5	1,11	-0,6
28	21,532	-0,3	1,507	0,4	1,674	-0,3	1,222	0,0
29	21,875	-0,1	1,354	-0,3	1,717	-0,1	1,2	-0,2
30	20	-0,9	1,35	-0,3	1,85	0,4	1,25	0,1
31	20,072	-0,9	1,419	0,0	1,909	0,6	1,296	0,3
32	22,05	0,0	1,43	0,1	1,85	0,4	1,13	-0,5

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

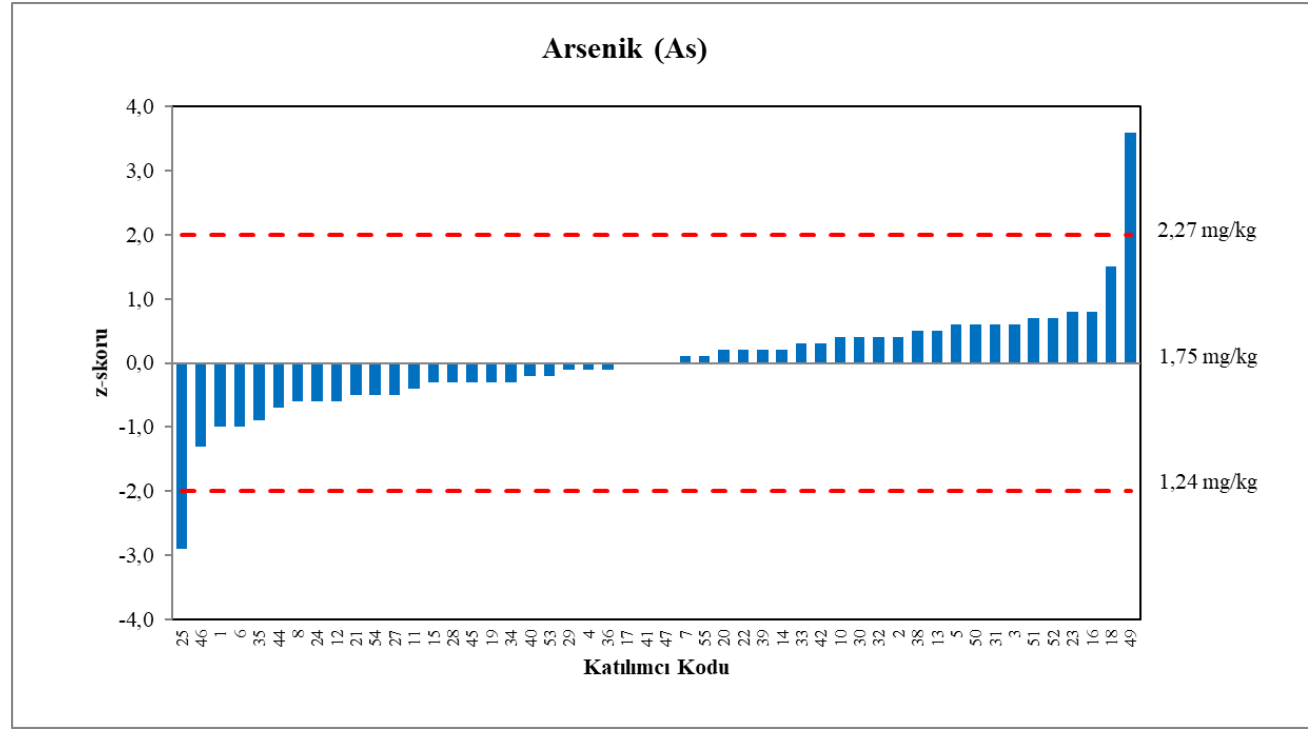
Lab Kodu	Kurşun (Pb)		Kadmiyum (Cd)		Arsenik (As)		Civa (Hg)	
	Atanmış Değer	22,09 mg/kg	Atanmış Değer	1,41 mg/kg	Atanmış Değer	1,75 mg/kg	Atanmış Değer	1,23 mg/kg
	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z-skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru	Sonuç (mg/kg)	z- skoru
33	21,434	-0,3	1,276	-0,6	1,827	0,3	1,203	-0,1
34	24,4	1,0	1,39	-0,1	1,69	-0,3	1,3	0,4
35	17,642	-2,0	1,601	0,9	1,524	-0,9	1,413	1,0
36	23,64	0,7	1,46	0,2	1,74	-0,1	1,32	0,5
37	Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi	
38	21,654	-0,2	1,328	-0,4	1,877	0,5	1,183	-0,2
39	21,74	-0,2	1,35	-0,3	1,81	0,2	1,17	-0,3
40	23,442	0,6	1,259	-0,7	1,693	-0,2	1,095	-0,7
41	20,68	-0,6	1,28	-0,6	1,75	0,0	1,18	-0,3
42	24,1	0,9	1,41	0,0	1,83	0,3	1,22	-0,1
43	Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi	
44	24,95	1,3	1,447	0,2	1,579	-0,7	1,18	-0,3
45	23,141	0,5	1,417	0,0	1,684	-0,3	1,095	-0,7
46	19,6	-1,1	1,355	-0,3	1,422	-1,3	1,142	-0,5
47	19,85	-1,0	1,34	-0,3	1,75	0,0	1,2	-0,2
48	20,05	-0,9	1,51	0,4	Sonuç bildirmedi		Sonuç bildirmedi	
49	33,912	5,3	1,822	1,9	2,686	3,6	1,756	2,8
50	1,87	-9,1	1,47	0,3	1,90	0,6	1,12	-0,6
51	25,28	1,4	1,52	0,5	1,93	0,7	1,15	-0,4
52	6,8	-6,9	2,44	4,8	1,93	0,7	0,88	-1,8
53	23,00	0,4	1,42	0,0	1,71	-0,2	1,17	-0,3
54	22,404	0,1	1,306	-0,5	1,618	-0,5	1,143	-0,5
55	22,51	0,2	1,4	-0,1	1,78	0,1	1,21	-0,1



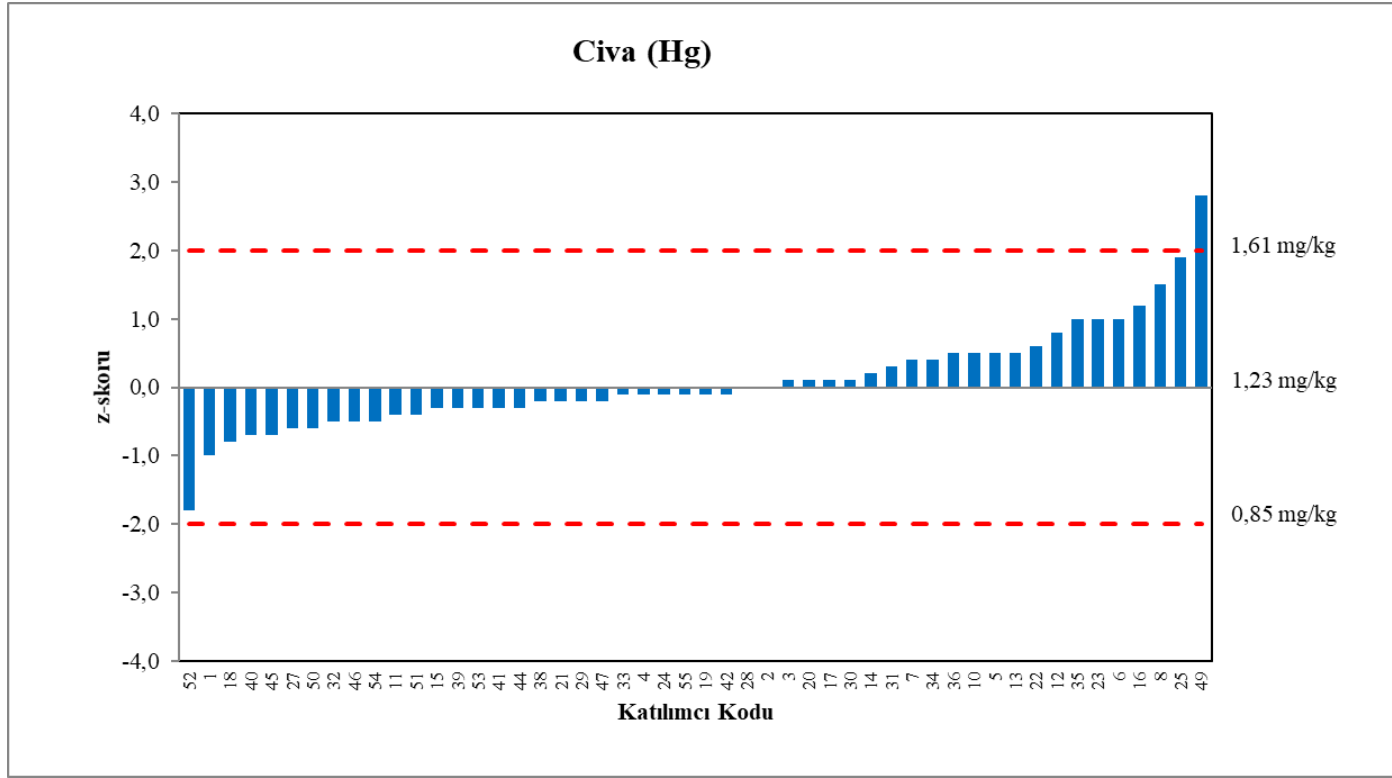
Şekil 1. Kurşun (Pb) z-skorları histogramı



Şekil 2. Kadmiyum (Cd) z-skorları histogramı



Şekil 3. Arsenik (As) z-skorumları histogramı



Şekil 4. Civa (Hg) z-skorları histogramı

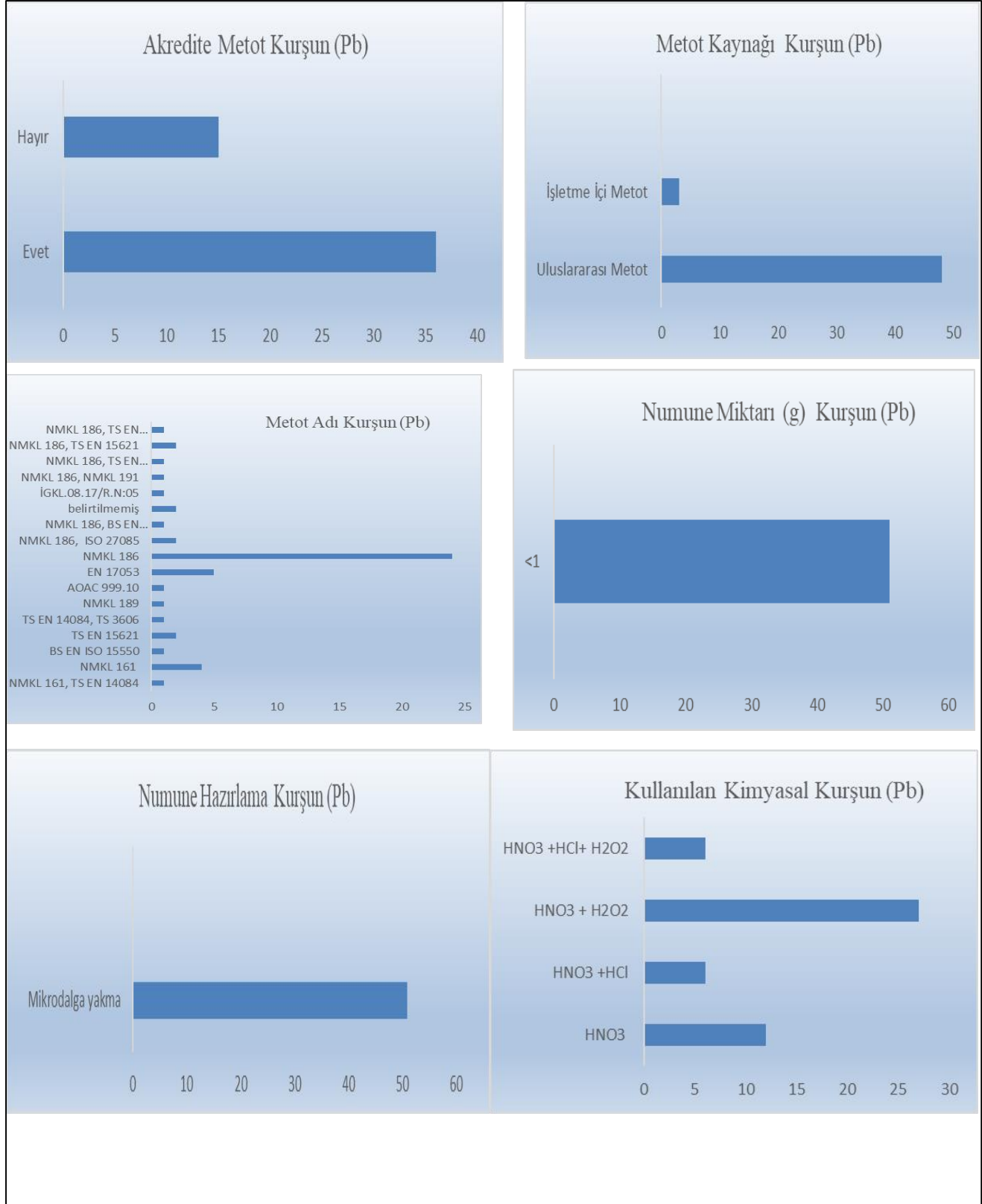
Tablo 7. Katılımcı yorumları

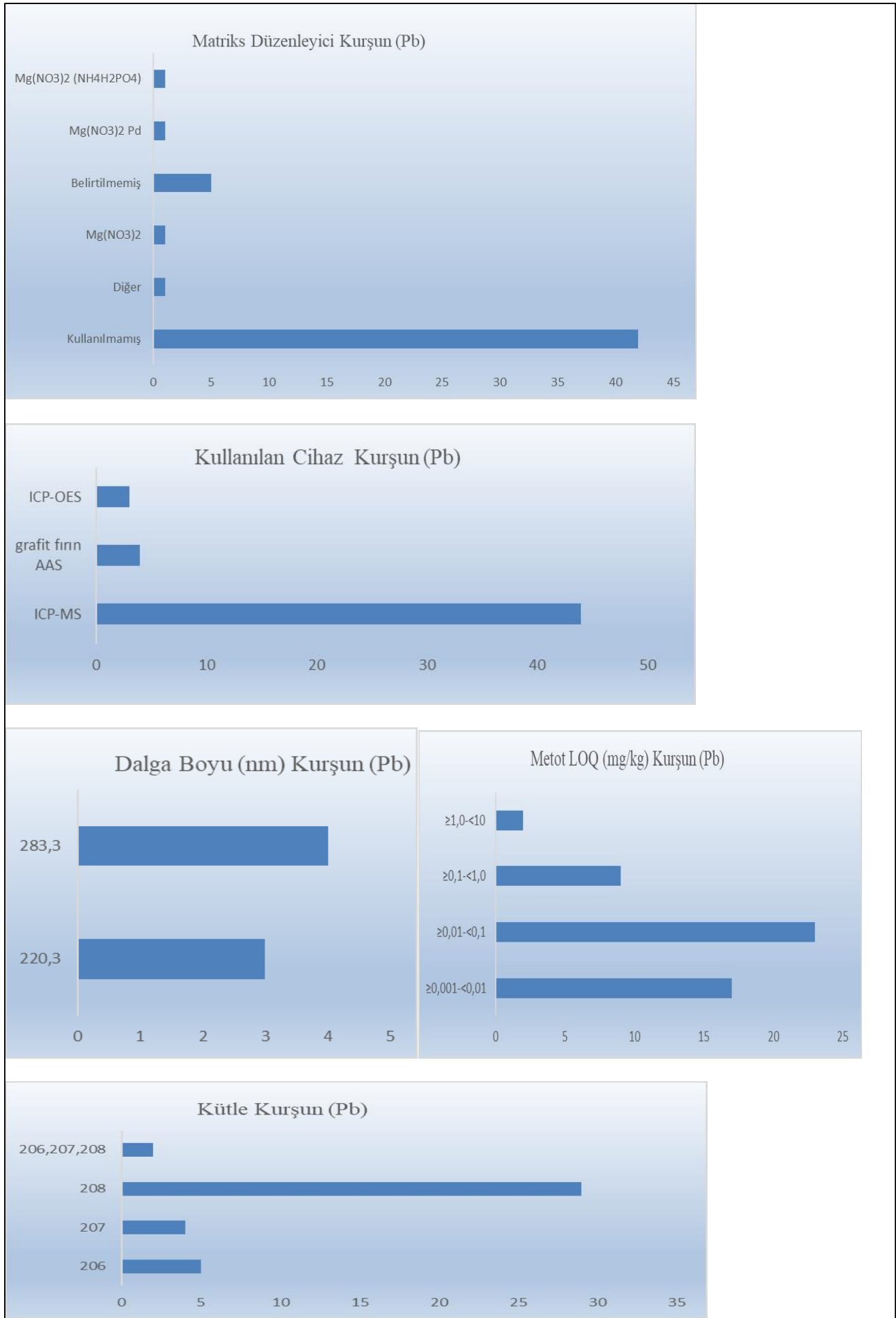
Lab Kodu	Yorum*
3	Numunedeki Pb miktarı çok yüksek olduğundan cihazda kirlenmeye sebep olmaktadır.
4	Katılımcı Bilgilendirme Formu'nda yer alan "Yeterlilik Test Materyali rutin analize gelen numune gibi işleme alınmalıdır" , bilgisine istinaden analiz sonuçları geri kazanıma ve %88 kuru maddeye göre düzeltilerek verilmiştir. %88 kuru maddeye göre düzeltilen geri kazanım uygulanmamış ham datalar ve geri kazanım oranları ayrıca aşağıda belirtilmiştir. Ham data As=1,651 ppm (%GK=95,58) , Ham data Cd=1,436 ppm (%GK=99,32) , Ham data Hg=1,22 ppm(%GK=101,1) ,Ham data Pb=22,391 ppm (%GK=101,6). Rutubet =%4.4
10	Rutubet oranı %4,8
25	Kadmiyum (Cd) elementi için lambada yaşanan problem nedeniyle analiz edilememiştir.
32	Katılımcı Kodu:32

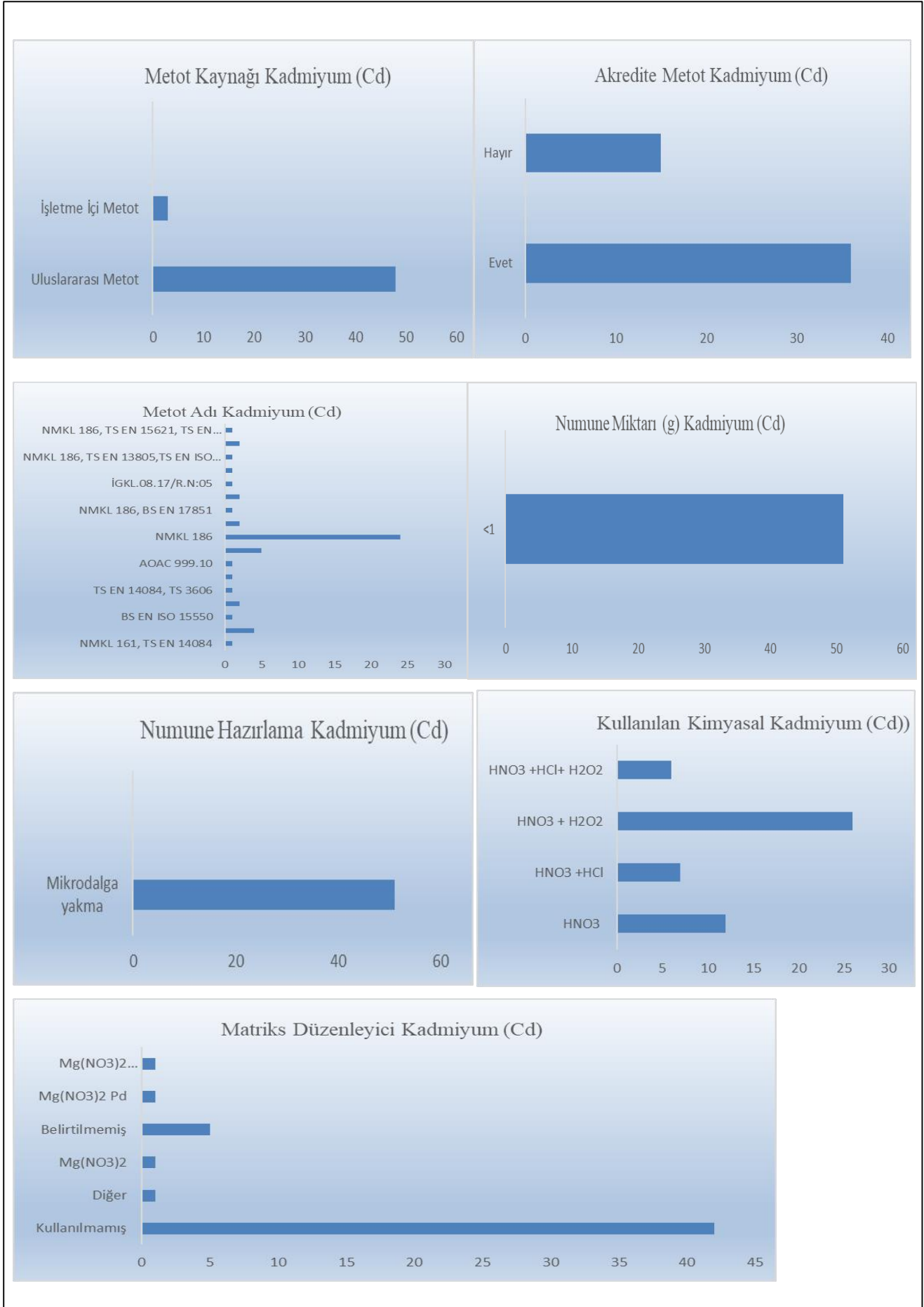
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

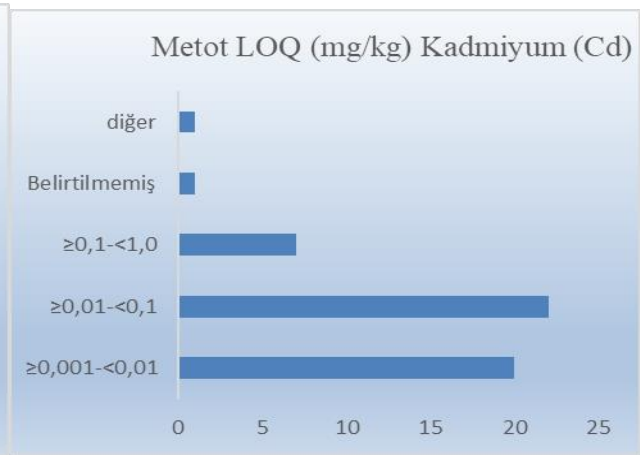
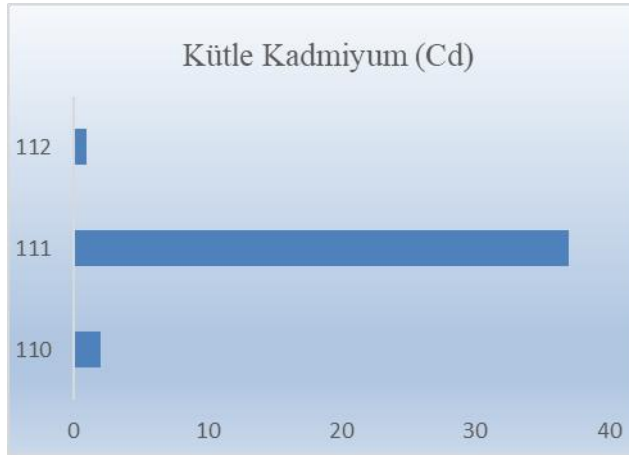
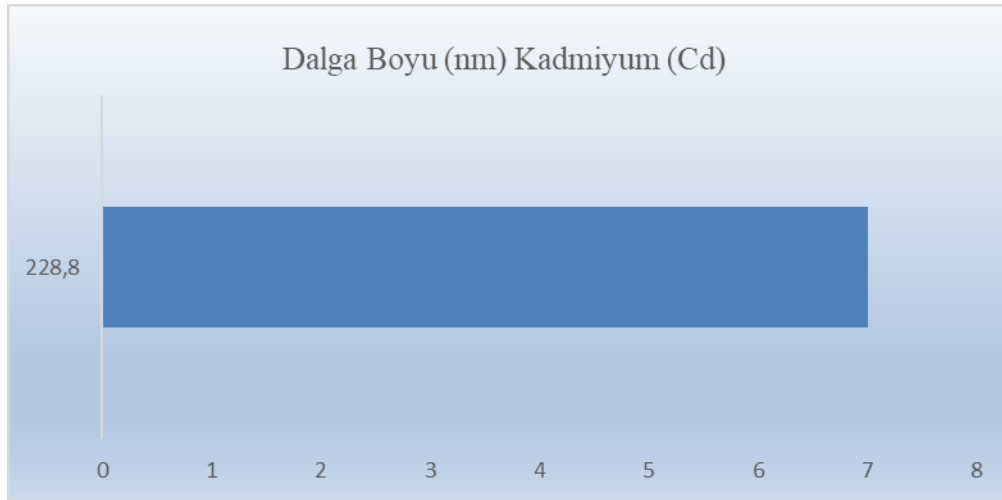
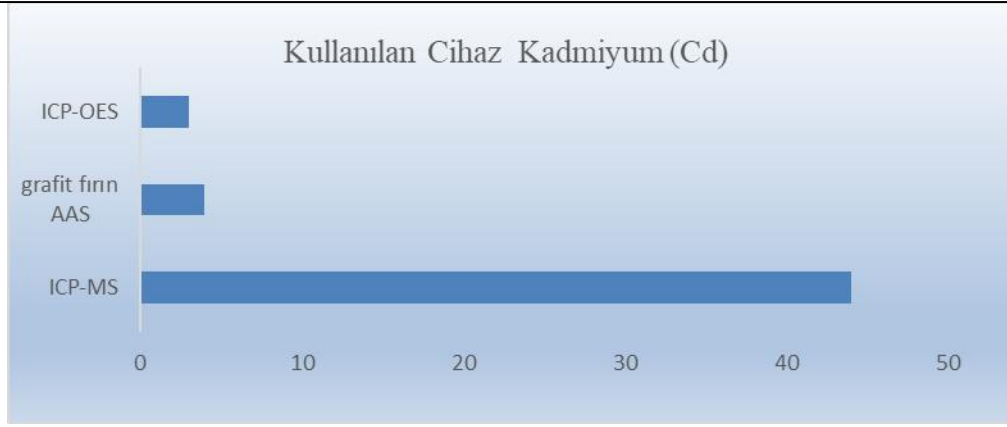
YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU' ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgilerine yönelik katılımcıların beyanları özetlenerek Tablo 8,9,10, ve Tablo 11'de grafiklerde özetlenerek gösterilmektedir.

Tablo 8. Analiz bilgileri özet grafikleri (Kurşun)

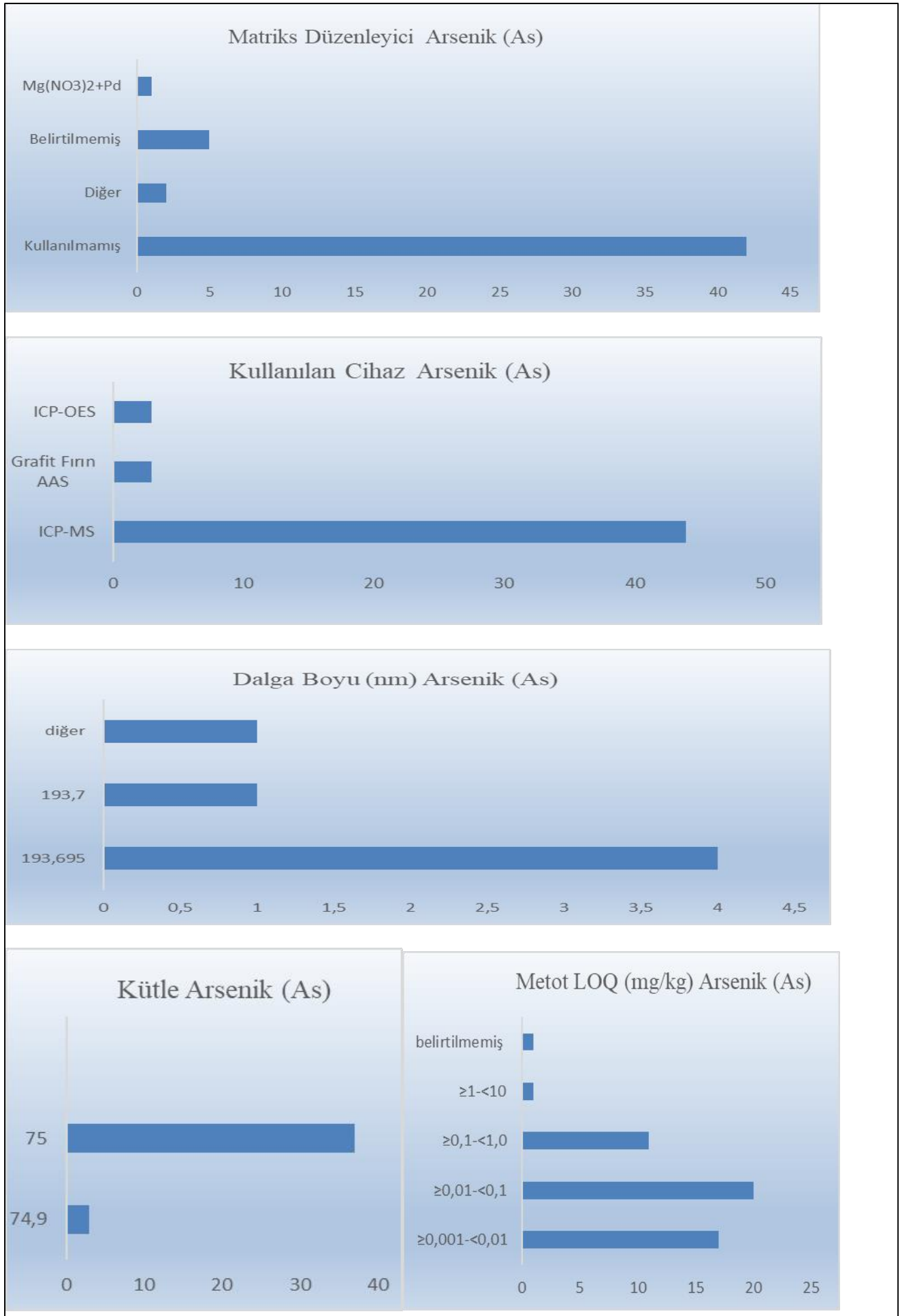


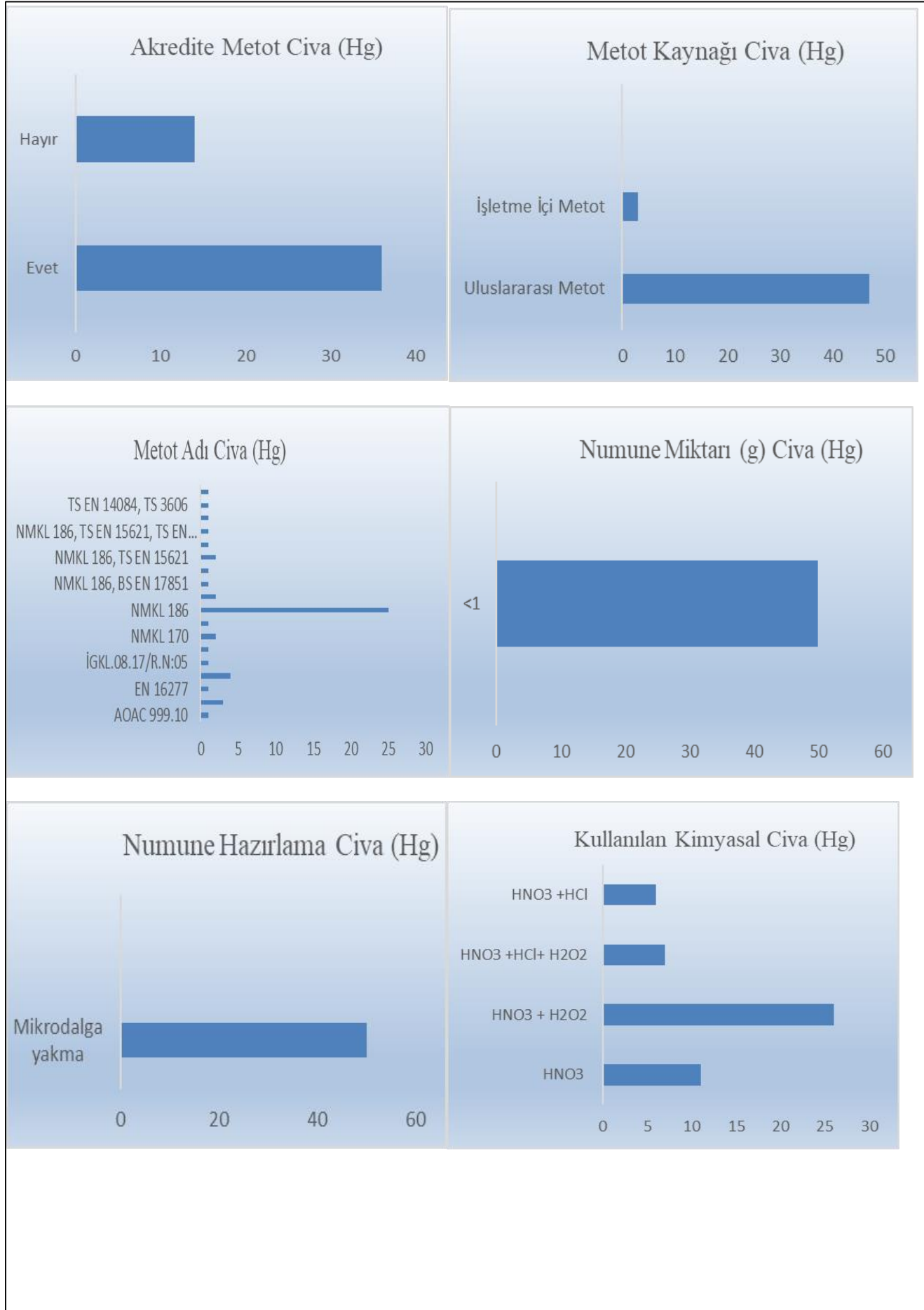


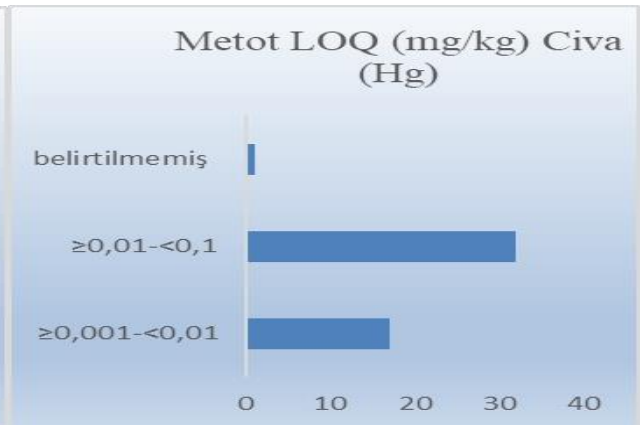
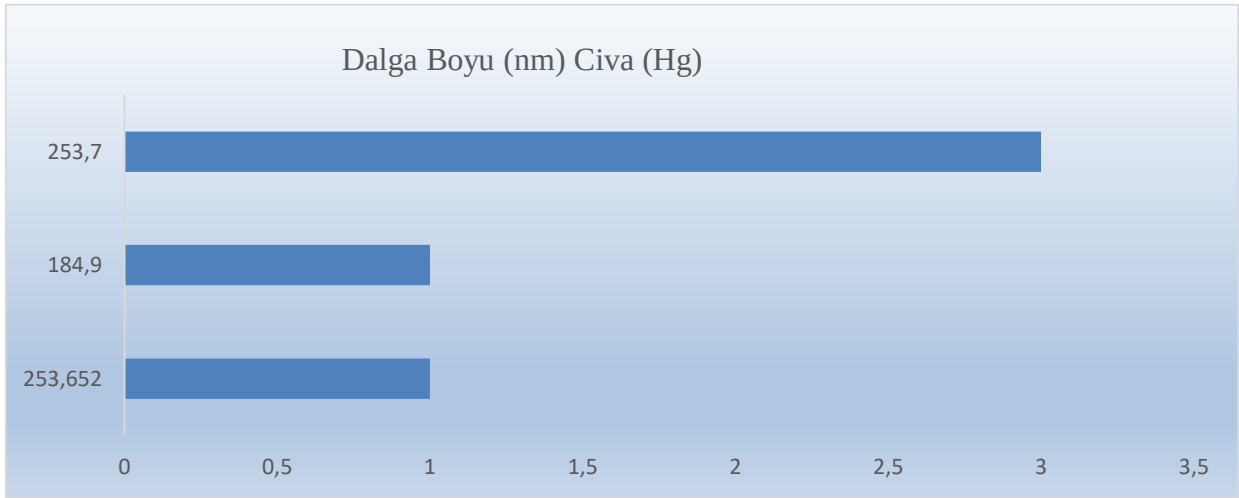
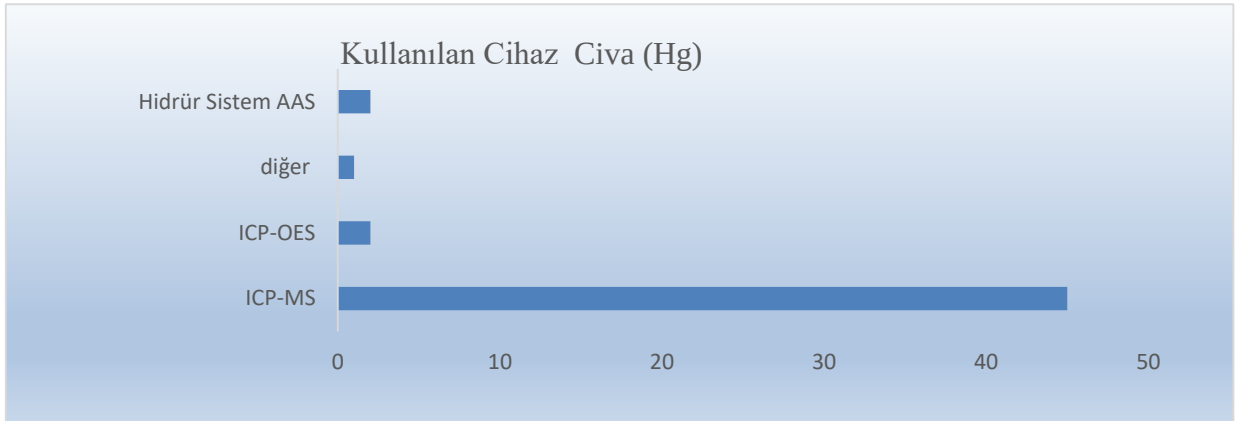
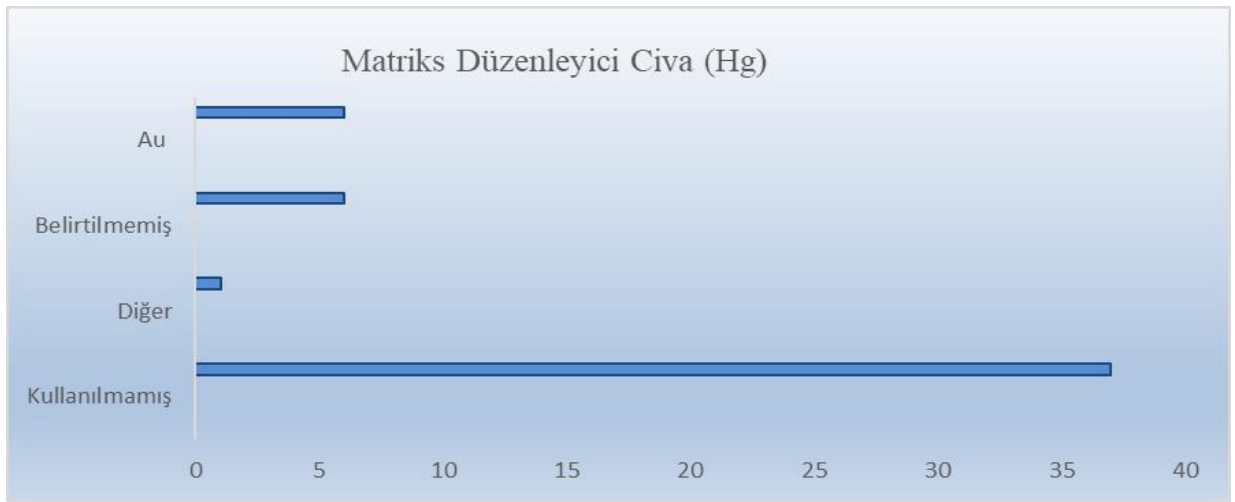
Tablo 9. Analiz bilgileri özet grafikleri (Kadmiyum)



Tablo 10. Analiz bilgileri özet grafikleri (Arsenik)



Tablo 11. Analiz bilgileri özet grafikleri (Civa)



7. GÖZLEMLER

Yurtiçinde kamu ve özel gıda kontrol laboratuvarların başvurusu ile toplam 55 katılımcı ile düzenlenen MİN018 çevrimine üç laboratuvar cihaz arızası nedeniyle sonuç bildirmemiştir. Katılımcıların z-skoru yönünden başarı yüzdesi Kurşun (Pb) için % 88, Kadmiyum (Cd) için % 96, Arsenik (As) için % 96, ve Civa (Hg) için %98 olmuştur. Çevrim sonucunda katılımcılardan 6 tanesi Kurşun (Pb) elementi analizinde, 2 tanesi Kadmiyum (Cd) elementi analizinde, 2 tanesi Arsenik (As) elementi analizinde, 1 tanesi Civa (Hg) elementi analizinde uygun olmayan z-skor almıştır.

Yem analizleri ile ilgili olarak ICP-MS metodu olarak genellikle katılımcı laboratuvarlar tarafından gıdalarda element analizlerinde kullanılan NMKL186 kullanılmaktadır. Fakat güncel olarak şu an ICP-MS cihazı ile yem ve yem katkı maddelerinde element analizinde TS EN 17053 (Mart 2018) Hayvan besleme maddeleri: Örnekleme ve analiz yöntemleri-İz elementlerin, ağır metallerin ve diğerlerinin belirlenmesi metodu bulunmaktadır. Laboratuvarlarımızın yem analizlerinde ICP-MS metodu olarak bu metodu kullanması gerekmekte ve analiz çalışmalarının güncel bu metoda göre yeniden gerçekleştirilmesi önem arz etmektedir. Bu durum mineral madde analizleri ile ilgili metot ve uygulama birlikteliğini sağlamak için 11.02.2025 tarihinde oluşturulan "Mineral Madde Analizi Metot Birlikteliği Talimatı"nda da kararlaştırılmıştır. Söz konusu analizler gerçekleştirilirken bu talimata titizlikle uyulması önem arz etmektedir.

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 TÜRKA- P704, Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü, Rev.No:12 -21.11.2023