



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

TS EN ISO/IEC 17043/4.8



# **YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU**

**Balda Naftalin Aranması  
UGRL YT Raporu- PES010  
Mart-Nisan 2018**

## GENEL BİLGİLER

**YT Çevrimi Adı:** Balda Naftalin Aranması

**YT Çevrimi Kodu:** PES010

**Test Materyali Gönderme Tarihi:** 27/02/2018

**Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi:** 30/03/2018

**Rapor Yayın Tarihi:** 19/04/2018

**Raporu Hazırlayan(lar):**

  
H.Merve MANAV  
Pestisit Birimi

  
Fazıl DİLER  
Pestisit Birimi

  
Dr. Özge ÇAĞCAR  
Pestisit Birimi

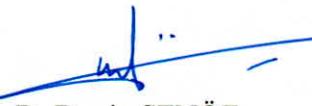
**Çevrim Koordinatörü:**

  
Dr. Özge ÇETINKAYA AÇAR  
Pestisit Birim Sorumlusu

**YT Koordinatörü:**

  
Dr. M. Alp ÇETINKAYA  
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

**Raporu Onaylayan:**

  
Dr. Berrin ŞENÖZ  
MÜDÜR

ULUSAL GIDA REFERANS LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

Fatih Sultan Mehmet Bulvari, No:70, 06170,

Yenimahalle – ANKARA

**YT Düzenleyici:**

**Tel.:** 0312 327 41 81

**Faks:** 0312 327 41 56

**e-posta:** ugrl@tarim.gov.tr

**Web:** <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans>

**İÇİNDEKİLER**

ÖZET .....	5
1. GİRİŞ .....	6
2. GİZLİLİK.....	6
3. TEST MATERYALI.....	7
3.1. HAZIRLAMA .....	7
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK .....	7
3.3. DAĞITIM.....	10
4. SONUÇLAR .....	11
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRİMESİ.....	11
5.1. ATANMIŞ DEĞER .....	11
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	11
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME .....	11
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI .....	12
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	15
7. GÖZLEMLER .....	17
8. REFERANSLAR .....	18

## **TABLOLAR**

Tablo 1. Yeterlilik testi sonuçları özeti.....	5
Tablo 2. Homojenlik testi verileri ve istatistiksel değerlendirme.....	8
Tablo 3. Kararlılık testi verileri ve değerlendirme.....	9
Tablo 4. Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirme.....	10
Tablo 5. Naftalin için özet istatistik değerlendirme.....	12
Tablo 6. Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması.....	13
Tablo 7. $ z  \leq 2$ aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi.....	13
Tablo 8. Katılımcı sonuçları ve z-skorları .....	13
Tablo 9. Katılımcı analiz bilgileri.....	15

## **ŞEKİLLER**

Şekil 1 .Naftalin z-skorları histogramı.....	14
--	----

**ÖZET**

Balda Naftalin Aranması Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043<sup>1</sup> esas alınmıştır.

- Çevrim için başvuruda bulunan 15 katılımcıya, 27/02/2018 tarihinde ‘Katılımcı Bilgilendirme Formu’ ile birlikte 150 g test materyali (süzme bal) naftalin analizi için gönderilmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresinden erişime açılan PES010 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’ ile toplanmıştır. 15 katılımcının tamamı analiz sonucu bildirmiştir.
- ISO 13528 Standardına<sup>2</sup> uygun olarak, naftalin için atanmış değer ( $X_{pt}$ ), katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatiksel yöntemler ile belirlenen uzlaşı değeri (consensus value) olarak belirlenmiştir.
- Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) uygun Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır.
- Her bir katılımcı için z-skoru, atanmış değer ( $X_{pt}$ ) ve yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) kullanılarak hesaplanmıştır. Eğer  $|z| \leq 2$  ise, sonuç uygun olarak değerlendirilmiştir.
- Balda Naftalin Aranması Yeterlilik Testi sonuçları özeti Tablo 1’de verilmektedir.

**Tablo 1.** Yeterlilik testi sonuçları özeti

Analit	Atanmış değer ( $X_{pt}$ ) ( $\mu\text{g/kg}$ )	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	% $ z  \leq 2$
Naftalin	87,8	13	15	87

## **1. GİRİŞ**

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardında laboratuvarlar arası karşılaştırma yoluyla önceden ortaya konmuş ölçütlerle göre katılımcının performansının değerlendirilmesi olarak tanımlanmaktadır. Yeterlilik testleri, katılımcı laboratuvarların yetkinliğinin bağımsız bir şekilde değerlendirilmesini amaçlamaktadır. Geçerliliği sağlanmış metodlarla 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 Müdürlüğü Kuruluş ve Görev Esaslarına Dair Yönetmelik”i Laboratuvarın oluşumu ve faaliyet alanları başlıklı 5’inci madde 2’inci fıkra b bendi hükmüne dayanarak laboratuvarlar arası karşılaştırma/yeterlilik testleri düzenler.

“Gıda Kontrol Laboratuvarlarının Kuruluş, Görev, Yetki ve Sorumlulukları ile Çalışma Usul ve Esaslarının Belirlenmesine Dair Yönetmelik” in kontroller başlıklı 19’uncu maddesi 1’inci fıkrası hükmü gereği laboratuvarların yeterlilik testlerine katılımı zorunlu kılmıştır.

## **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 MATERİYALİ

#### 3.1. HAZIRLAMA

Yeterlilik test materyalinin hazırlanmasında 5 kg süzme çiçek balı kullanılmıştır. Bal naftalin varlığı açısından analiz edilmiş ve içerisinde naftalin tespit edilmemiştir. Süzme çiçek balına, yaklaşık 100 µg/kg olacak şekilde naftalin standart çözeltisi katılarak (spike), bal iyice karıştırılmak suretiyle homojenize edilmiştir Daha sonra hazırlanan yığın materyal yeterlilik deneyi numunesi kaplarına en az 150 g olacak şekilde aktarılarak numaralandırılmış ve numuneler katılımcılara gönderilecekleri güne kadar +4 °C'de muhafaza edilmiştir.

#### 3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Yeterlilik test materyali ISO 13528 Standard<sup>2</sup> esas alınarak homojenlik için test edilmiştir. Yeterlilik test materyalinin hazırlandığı gün rastgele seçilen 12 numune, iki tekrarlı olarak analiz edilmiştir. Analizler Headspace-GC/MS cihazı ile, naftalin-D8 internal standardı kullanılarak gerçekleştirilmiş ve homojenlik testi örnekleri tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

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

$$\sigma_{pt} = \frac{0,22c}{mr}$$

c: konsantrasyon (homojenlik testi ortalaması kullanılmıştır) (boyutsuz kütle oranı cinsinden ifade edilir)

mr: Boyutsuz kütle oranı (örneğin: 1 ppm=10<sup>-6</sup>)

Homojenlik testinden elde edilen veriler atanmış değerin hesaplanması kullanılmamıştır.

Homojenlik verileri ve istatiksel değerlendirme Tablo 2'de verilmektedir.

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

Sıra no	Naftalin ( $\mu\text{g/kg}$ )	
	Tekrar_1	Tekrar_2
1	96,4	116,5
2	101,6	96,8
3	100,1	99,2
4	100,8	97,7
5	101,2	116,4
6	96,2	97,8
7	102,7	104,0
8	103,6	104,9
9	102,1	102,6
10	98,7	104,4
11	101,5	101,5
12	98,1	96,4
<b>Ortalama</b>	101,7	
$\sigma_{pt}$	22,4	
$0,3 \times \sigma_{pt}$ (kritik değer)	6,7	
$s_x$ (örnek ort. std. sapması)	3,6	
$s_w$ (örnek-içi std. sapma)	5,4	
$s_s$ (örnekler-arası std.sapma)	0,0	
$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$	GEÇER	

Yeterlilik test materyalinin kararlılığı, ISO 13528 Standard<sup>2</sup> esas alınarak, çevrim süresi boyunca test materyalinin maruz kalacağı koşullara göre test edilmiştir. Yeterlilik testi sırasında farklı zamanlarda üçer örnek iki tekrarlı olarak analiz edilerek, elde edilen sonuçların ortalaması ( $\bar{y}$ ) ile homojenlik testi verilerinden seçilen üç örneğe ait iki tekrarlı analiz sonuçları ortalaması ( $\bar{x}$ ) arasındaki farka bakılmış ve  $|\bar{x} - \bar{y}| \leq 0,3\sigma_{pt}$  koşuluna uygunluk değerlendirilmiştir.  $\sigma_{pt}$  değeri olarak homojenlik testinde belirlenen değer kullanılmıştır.

Kararlılık kontrolü için; yeterlilik test materyali gönderimi öncesi, yeterlilik test materyali kargo iletim günü, yeterlilik testi çevrimi ortası ve yeterlilik testi son sonuç bildirim tarihi sonrası olmak üzere toplam dört farklı zamanda deneyler gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerden kargo iletim günü gerçekleştirilen deneyde analiz edilen örnekler, yeterlilik test materyallerinin kargoya verildiği gün oda sıcaklığına çıkarılarak kargonun teslim edilmesi için geçen en uzun süre boyunca oda sıcaklığında bekletilmiş örneklerdir. Bunun dışındaki örnekler 4°C'de muhafaza edilmiş ve kararlılık testi yapılacak günü oda sıcaklığına çıkarılarak analiz edilmiştir. Kararlılık testlerinde analiz edilen örnekler, tekrarlanabilirlik koşulları altında, tek seferde ve cihazlarda tamamen rastgele bir sıra ile analiz edilmiştir.

Kararlılık testi verileri ayrıca F-testi ile de değerlendirilerek, çevrim süresi boyunca naftalin konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasında oluşan farkın istatistiksel olarak önemli olup olmadığı kontrol edilmiştir. Varyans analizinin kontrol ve karşıt hipotezleri şöyledir:

$H_0$ : Naftalin konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasındaki fark tesadüften ileri gelmektedir ve sıfır kabul edilebilir.

$H_1$ : En az iki örneğin, naftalin konsantrasyonu bakımından aralarındaki fark tesadüften ileri gelmemektedir.

Varyans analizi sonuçları incelendiğinde, F değerlerinin  $F_{kritik}$  değerlerinden küçük olduğu görülmüştür, dolayısıyla  $H_0$  hipotezi kabul edilir. Naftalin konsantrasyonu bakımından kararlılık testi örnekleri arasındaki fark tesadüften ileri gelmektedir ve sıfır kabul edilebilir.

Geçerleştirilen kararlılık testi sonuçları, hazırlanan yeterlilik testi materyalinin çevrim süresi sonuna kadar yeterince kararlı olduğunu göstermektedir.

ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> uyarınca gerçekleştirilen kararlılık testlerine ait veriler ve istatistiksel değerlendirme Tablo 3'te, kararlılık testi verilerinin F-testi ile değerlendirme sonuçları ise Tablo 4'te verilmektedir.

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

	Naftalin ( $\mu\text{g/kg}$ )						
	Tekrar_1	Tekrar_2	ort	$ \bar{x} - \bar{y} $	$\sigma_{pt}$	kritik değer ( $0,3\sigma_{pt}$ )	$ \bar{x} - \bar{y}  \leq 0,3\sigma_{pt}$
YTM	102,7	104,0					
Hazırlama	103,6	104,9	103,3	---	22,4	6,7	---
Günü	102,1	102,6					
YTM	107,1	99,0					
Gönderimi	97,9	98,7	101,6	1,7	22,4	6,7	<b>GEÇER</b>
Öncesi	98,4	108,4					
YTM Kargo	98,2	109,0					
İletim Günü	99,1	116,2	106,6	3,3	22,4	6,7	<b>GEÇER</b>
(maksimum)	112,4	104,7					
YT Çevrimi	107,5	120,5					
Ortası	106,1	104,4	109,2	5,9	22,4	6,7	<b>GEÇER</b>
	110,0	106,6					
Sonuç Son	119,7	106,0					
Bildirim	99,3	104,5	105,9	2,6	22,4	6,7	<b>GEÇER</b>
Tarihi Sonrası	101,8	104,3					

**Tablo 4.** Kararlılık testi verileri ve F-testi ile değerlendirmeye

Naftalin ( $\mu\text{g/kg}$ )				
YTM Hazırlama Günü	YTM Gönderimi Öncesi	YTM Kargo İletim Günü (maksimum)	YT Çevrimi Ortası	Sonuç Son Bildirim Tarihi Sonrası
102,7	107,1	98,2	107,5	119,7
104,0	99,0	109,0	120,5	106,0
103,6	97,9	99,1	106,1	99,3
104,9	98,7	116,2	104,4	104,5
102,1	98,4	112,4	110,0	101,8
102,6	108,4	104,7	106,6	104,3
Toplam	619,8	609,5	639,6	635,6
Ortalama	103,3	101,6	106,6	105,9
Varyans	1,09	23,12	52,40	51,07
				161,79

Varyasyonun Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F kritik
Gruplar arası	209,857613	4	52,46440333	1,621328025	0,20005259	2,75871047
Grup içi	808,9726833	25	32,35890733			
Toplam	1018,830297	29				

**F < F kritik ?****GEÇER**

### 3.3. DAĞITIM

Yeterlilik test materyali (süzme bal), 27/02/2018 tarihinde katılımcı laboratuvarlara kargo yolu ile eş zamanlı gönderilmiştir. Katılımcı laboratuvar kodları, yeterlilik test materyali ile birlikte gönderilen ‘**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**’ aracılığı ile katılımcılara iletilmiştir. Katılımcılardan, analiz sonuçları ve metot bilgilerini <http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans> adresindeki PES009 kodlu çevrime özgü ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**’i elektronik ortamda doldurmak kaydıyla iletmemeleri ve formun ıslak imzalı orjinal halini posta yoluyla 30/03/2018 tarihine kadar bildirmeleri istenmiştir. EBYS sistemi kullanan katılımcılara e-belge ile yazdıkları yazının eki olarak gönderebilecekleri bildirilmiştir. Postada gerçekleşmesi muhtemel gecikmeler göz önünde bulundurularak, ıslak imzalı formun taramış halini e-posta ile göndermeleri ifade edilerek, muhtemel silik yazılarından kaynaklanan okuma hatalarını önlemek için faks ile göndermemeleri istenmiştir.

## 4. SONUÇLAR

Katılımcılardan yeterlilik test materyalinde tespit ettikleri naftalin miktarını “ $\mu\text{g/kg}$ ” cinsinden, virgülden sonra bir haneli şekilde ve geri kazanım düzeltmesi yapmadan ilgili çevrime ait **YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’na kaydetmeleri istenmiştir. Katılımcılardan ayrıca; kullanılan analiz tekniği geri kazanım değeri tespit edilmesine olanak sağlıyorsa geri kazanım değeri, ölçüm limiti (LOQ), kullanılan teknik ve MS ile doğrulama bilgilerinin de forma kaydedilmesi ve formun ikinci kısmında yer alan “Analiz ile İlgili Bilgiler” tablosunun doldurulması istenmiştir.

## 5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

### 5.1. ATANMIŞ DEĞER

Naftalin için atanmış değer ( $X_{pt}$ ) olarak, katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden sağlam (robust) istatistiksel yöntem ile belirlenen uzlaşı değeri (consensus value) kullanılmıştır. Katılımcı sonuçları kullanılarak Huber H15'e göre sağlam (robust) ortalama ve sağlam standart sapma hesaplanmıştır.<sup>3</sup>

### 5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) hesaplanması, istatistiksel modelden tahmin yolu seçilerek aşağıda verilen Horwitz eşitliği kullanılmıştır:

$$\sigma_{pt} = \frac{0,22c}{mr}$$

c: konsantrasyon (Atanmış değer) (boyutsuz kütle oranı cinsinden ifade edilir)

mr: Boyutsuz kütle oranı (örneğin: 1 ppm= $10^{-6}$ )

### 5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

Her bir katılımcının performansı ISO 13528 Standardı<sup>2</sup> ile uyumlu olarak z-skoru cinsinden ifade edilmiştir.

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

$X_i$ : Katılımcı sonucu

$X_{pt}$ : Atanmış değer

$\sigma_{pt}$ : Yeterlilik standart sapması

$z$ -skoru, yeterlilik testi için kabul edilmiş hedef standart sapma ile katılımcı sonuçlarının atanmış değerden sapmalarını kıyaslamaktadır ve aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır:

$ z  \leq 2$	Uygun
$2 <  z  < 3$	Sorgulanabilir
$ z  \geq 3$	Uygun Değil

İlgili analite ilişkin atanmış değerin belirsizliği değeri aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

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

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

p: Katılımcı sayısı

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

Naftalin için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 5'te, atanmış değer ve yeterlilik standart sapması Tablo 6'da,  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 7'de verilmektedir. Katılımcıların '**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT**' ile beyan ettikleri sonuçlar, z-skorları ile birlikte Tablo 8' de özetlenmektedir ve Şekil 1'de histogram ile gösterilmektedir.

**Tablo 5.** Naftalin için özet istatistik değerlendirmesi

Naftalin	
<b>Sonuç sayısı</b>	15
<b>Sonuç aralığı (<math>\mu\text{g/kg}</math>)</b>	27,97-143,5
<b>Sonuçların ortancası (<math>\mu\text{g/kg}</math>)</b>	86,0
<b>Sonuçların ortalaması (<math>\mu\text{g/kg}</math>)</b>	87,6
<b>Atanmış değer (<math>\mu\text{g/kg}</math>)</b>	87,8
<b>Sağlam standart sapma (<math>\mu\text{g/kg}</math>)</b>	17,2
<b><math> z  \leq 2</math> sonuç sayısı</b>	13
<b><math>2 &lt;  z  &lt; 3</math> sonuç sayısı</b>	2
<b><math> z  \geq 3</math> sonuç sayısı</b>	0

**Tablo 6.** Atanmış değer ve yeterlilik standart sapması

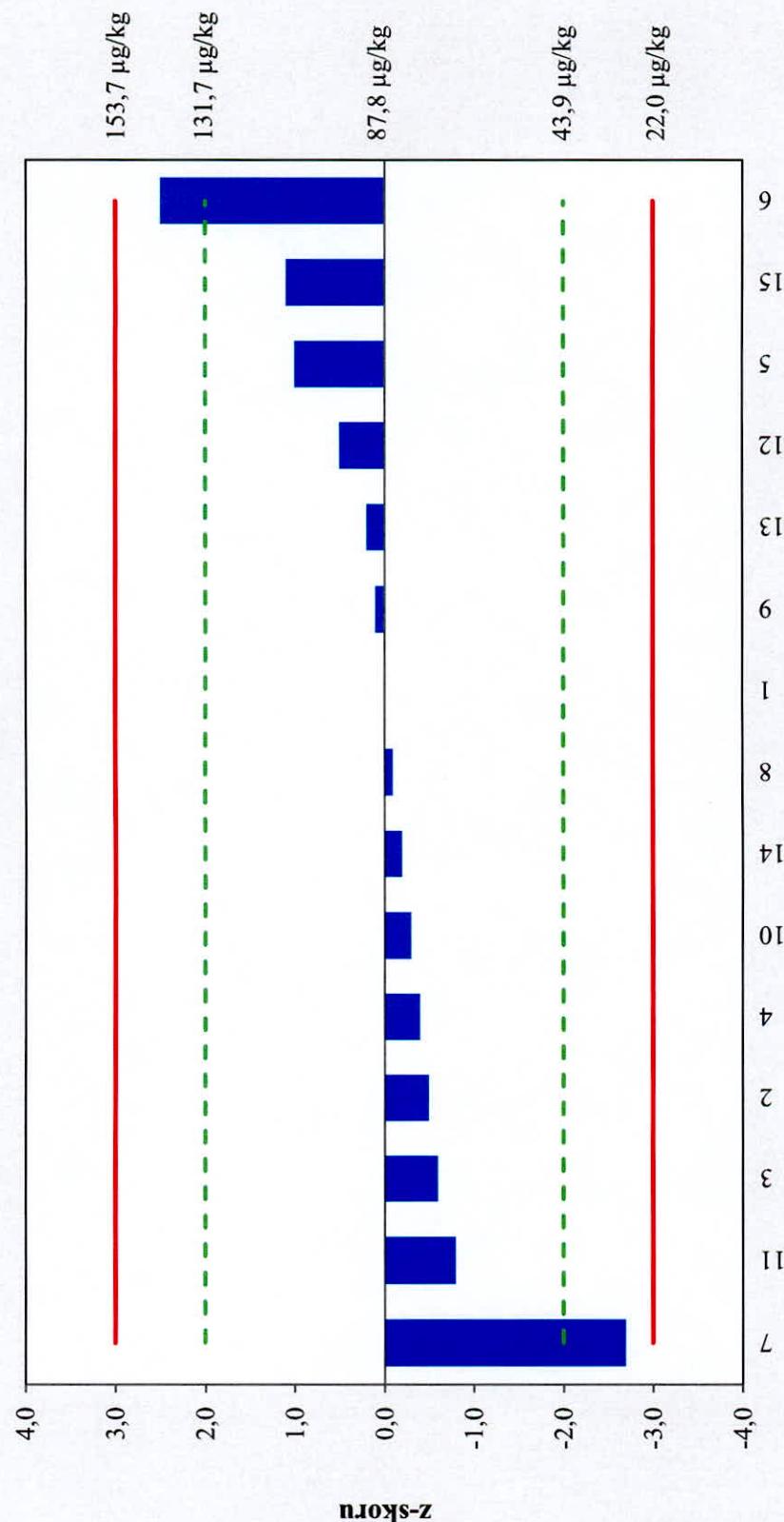
Analit	Veri sayısı (n)	Atanmış değer ( $X_{pt}$ ) ( $\mu\text{g/kg}$ )	Belirsizlik ( $u(X_{pt})$ )	Yeterlilik standart sapması ( $\sigma_{pt}$ ) ( $\mu\text{g/kg}$ )
Naftalin	15	87,8	5,5	19,3

**Tablo 7.**  $|z| \leq 2$  aralığında yer alan z-skoru sayısı ve yüzdesi

Analit	$ z  \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z  \leq 2$ yüzdesi (%)
Naftalin	13	15	87

**Tablo 8.** Katılımcı sonuçları ve z-skorları ( $|z| > 2$  aralığında yer alan z-skorları kırmızı ile işaretlenmiş şekilde gösterilmektedir)

Lab. Kodu	Naftalin			
	Atanmış Değer	87,8 $\mu\text{g/kg}$		
	Sonuç ( $\mu\text{g/kg}$ )	Geri Kazanım (%)	LOQ ( $\mu\text{g/kg}$ )	z-skoru
1	87,1	Bildirilmedi	Bildirilmedi	0,0
2	76,3	Bildirilmedi	1	-0,5
3	75	Bildirilmedi	5	-0,6
4	80,0	99	1	-0,4
5	110,0	98	2	1,0
6	143,5	98	10	2,5
7	27,97	89,49	5	-2,7
8	86	94	2	-0,1
9	90,1	100	6,2	0,1
10	81,2	Bildirilmedi	2	-0,3
11	70,0	105	2	-0,8
12	99,63	94	5	0,5
13	91,9	95,8	8,5	0,2
14	82,7	Bildirilmedi	5	-0,2
15	111,9	87	2	1,1

**Naftalin**

Sekil 1. Naftalin z-skorları Histogramı

F. Kodu: YET.F-018  
F. Baskı No-Tarifi: 1-23/05/2017

F. Gün. No-Tarifi: 00-00/00/0000

## 6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

**'YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-PESTİSİT'** ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 9'da sunulmaktadır.

**Tablo 9.** Katılımcı Analiz Bilgileri

Akredite metot	Laboratuvar Kodu
Evet	01 02 03 04 07 09 15
Hayır	05 06 08 10 11 12 13 14
Metot Kaynağı	Laboratuvar Kodu
İşletme İçi Metot	01 10
J AOAC 829, 267-269, 1998	13 14
Determination of 1,4-dichlorbenzene, naphthalene and thymol residues in honey using static headspace coupled with GC-MS	07 12
Analytical Sciences Vol:25, 1301-1305, 2009	05 15
Food Chemistry 84, 643-649, 2004	02
Journal of Chromatography A, 1083, 2005	04 11 13
Journal of Apiproduct and Apimedical Science	03
Bal, Petek ve Ürünlerinde Naftalin Analizi	06
TS 3036	09
Bildirilmedi	08
Geri kazanım değeri test materyali ile aynı zamanda çalışılarak mı tespit edildi?	Laboratuvar Kodu
Evet	04 05 07 08 11 12 13 15
Hayır	06 09
Bildirilmedi	01 02 03 10 14
Geri kazanımda yapılan standart ilavesi (mg/kg)	Laboratuvar Kodu
>= 0,001 - < 0,005	15
>= 0,01 - < 0,025	07 09
>= 0,05 - < 0,1	04 05 06 11 12 13
>= 0,1	08
Bildirilmedi	01 02 03 10 14
Geri kazanımda yapılan standart ilavesi hangi aşamada yapıldı?	Laboratuvar Kodu
Ekstraksiyondan önce	05 06 07 08 09 11 12 13 15
Cihaza verilmeden önce	04
Bildirilmedi	01 02 03 10 14

Türevlendirme	Laboratuvar Kodu
Hayır	04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15
Bildirilmedi	01 02 03
Kalibrasyon yöntemi	Laboratuvar Kodu
Matriks uyumlu	08 09 14
Matriks uyumlu-Çok noktalı	01 04 05 15
Solventte - Çok noktalı	03 06 07
Standart ekleme-Matriks uyumlu-Çok noktalı	02 11 12
Standart ekleme-Çok noktalı	13
Bildirilmedi	10
Internal standart kullanımı	Laboratuvar Kodu
Evet	04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 15
Hayır	01 02 03 14
Internal standart adı	Laboratuvar Kodu
Naftalin D8	04 05 07 08 10 12 13 15
D8	11
D5	09
Bildirilmedi	06
GC Metodu-Numune ağırlığı (g)	Laboratuvar Kodu
>=1 - <5	01 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15
>=5 - <10	02
>=10 - <20	03
GC Metodu-Ekstraksiyon solventleri	Laboratuvar Kodu
Su	03 04 05 06 07 08 09 11 12 13 14 15
Bildirilmedi	01 02 10
GC Metodu- pH ayarlaması	Laboratuvar Kodu
Hayır	01 02 03 04 05 06 07 08 09 10 11 12 13 14 15
GC Metodu-Ekstraksiyon yöntemi	Laboratuvar Kodu
Headspace	02 03 04 05 07 09 12 14 15
Sıvı-sıvı dağılımı	06 11
SPME	10 13
Bildirilmedi	01 08
GC Metodu-Saflaştırma yöntemi	Laboratuvar Kodu
SPME	06 08 10 11 12
Yok	02 03 04 05 07 09 13 14 15
Bildirilmedi	01

<b>GC Metodu-SPE sorbent tipi</b>	
100 µm polydimethylsiloxane	10
Bildirilmedi	01 02 03 04 05 06 07 08 09 11 12 13 14 15
<b>GC Metodu-Kolon dolgu materyali</b>	
95% methyl 5% phenylpolysiloxane	04 05 06 07 08 09 11 12 13 14 15
% 5 Diphenyl %95 polysiloxane	03
Silika	02
HP-VOC	10
Bildirilmedi	01
<b>GC Metodu-Kolon sıcaklığı (°C)</b>	
40	04
50-250	07 13
50-260	10
60-280	09
250	03
260	02
280	14
Bildirilmedi	01 05 06 08 11 12 15
<b>GC Metodu-Dedektör tipi</b>	
Headspace	07
MS-MS	14
MS	01 02 03 04 05 06 08 09 10 11 12 13 15
<b>GC Metodu-Enjeksiyon hacmi (µL)</b>	
0,8	14
1	05 07 15
10	04
1000	02 09
1500	03
100 µm polidimetilsilosan	08
Bildirilmedi	01 06 10 11 12 13

## 7. GÖZLEMLER

Balda naftalin analiz ve raporlama yetkisine sahip kamu ve özel laboratuvarlar ile bir dış katılımcı laboratuvarın katılımıyla gerçekleştirilen PES010 - Balda Naftalin Analizi Yeterlilik Testi sonuçlarına göre; uygun performans ( $|z| \leq 2$ ) oranı % 87, sorgulanabilir performans ( $2 < |z| < 3$ ) oranı % 13 olarak tespit edilmiştir.

Katılımcılar tarafından bildirilen analiz metod bilgileri incelediğinde, 7 katılımcının analizde akredite olduğu, 8 katılımcının akredite olmadığı görülmektedir. Analizde genel olarak 1-5 g aralığında numune ile ekstraksiyon yapıldığı, ekstraksiyonun su ile gerçekleştirildiği, internal standart kullanıldığı, analiz tekniği olarak Headspace GC/MS ve SPME GC/MS olmak üzere iki tekniğin kullanıldığı, bu tekniklerden Headspace GC/MS tekniğinin daha fazla öne çıktığı görülmektedir.

**8. REFERANSLAR**

- 1 TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar
- 2 ISO 13528 Statistical Methods For Use in Proficiency Testing By Interlaboratory Comparisons
- 3 Analytical Methods Committee, Robust statistics–how not to reject outliers. Part 1. Basic concepts, Analyst, 1989, Vol.114,1693-1697.