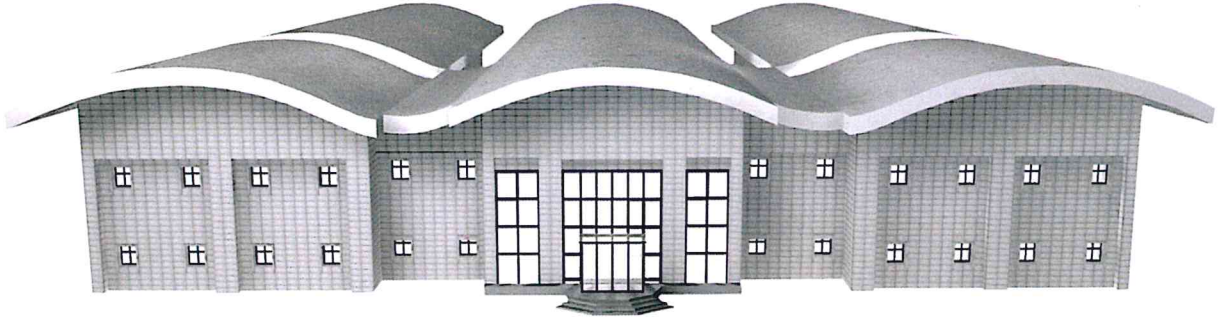




**T.C.
GIDA TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĞI
Ulusal Gıda Referans Laboratuvar Müdürlüğü**

TS EN ISO/IEC 17043/4.8



YETERLİLİK TESTİ SONUÇ RAPORU

**Fındıkta Aflatoksin Saptanması
UGRL YT Raporu – TOK005
Nisan – Mayıs 2017**

GENEL BİLGİLER

YT Çevrimi Adı: Fındıkta Aflatoksin Saptanması

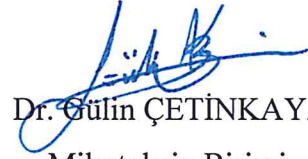
YT Çevrimi Kodu: TOK005

Test Materyali Gönderme Tarihi: 11/04/2017

Katılımcı Analiz Sonucu Son Bildirim Tarihi: 28/04/2017

Rapor Yayın Tarihi: 26/05/2017

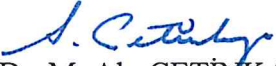
Raporu Hazırlayan(lar):


Dr. Gülin ÇETİNKAYA
Mikotoksin Birimi

Çevrim Koordinatörü:


Dr. M. Alp ÇETİNKAYA
Mikotoksin Birim Sorumlusu

YT Koordinatörü:


Dr. M. Alp ÇETİNKAYA
Yeterlilik Testi Birim Sorumlusu

Raporu Onaylayan:


Dr. Berrin ŞENÖZ
MÜDÜR

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@tarim.gov.tr

Web: http://gidalab.tarim.gov.tr/gidareferans

İÇİNDEKİLER

ÖZET	4
1. GİRİŞ	5
2. GİZLİLİK.....	5
3. TEST MATERYALİ.....	6
3.1. HAZIRLAMA	6
3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK	6
3.3. DAĞITIM.....	6
4. SONUÇLAR	8
5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ.....	8
5.1. ATANMIŞ DEĞER.....	8
5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI.....	8
5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME.....	9
5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI.....	9
6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ	19
7. GÖZLEMLER.....	21
8. REFERANSLAR	21

TABLolar

Tablo 1. Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti	4
Tablo 2. Homojenlik değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu	7
Tablo 3. Kararlılık değerlendirmesine ait özet bilgi tablosu.....	7
Tablo 4. Her Bir Analit İçin Özet İstatistik Değerlendirmesi	10
Tablo 5. Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları	10
Tablo 6. $ z \leq 2$ Aralığında Yer Alan z-skoru Sayısı ve Yüzdesi	10
Tablo 7. Katılımcı Sonuçlarının Özeti ve z-skorları ($ z > 2$ aralığında Yer Alan z-skorları Kırmızı ile İşaretlenmiş Şekilde Gösterilmektedir).....	11
Tablo 8. Katılımcı Analiz Bilgileri	19

ŞEKİLLER

Şekil 1. Aflatoksin B1 z-skorları Histogramı	14
Şekil 2. Aflatoksin B2 z-skorları Histogramı	15
Şekil 3. Aflatoksin G1 z-skorları Histogramı	16
Şekil 4. Aflatoksin G2 z-skorları Histogramı	17
Şekil 5. Toplam Aflatoksin z-skorları Histogramı.....	18

ÖZET

Laboratuvar Müdürlüğümüz tarafından “Fındıkta Aflatoksin Saptanması” yeterlilik testi çevrimi 18’i kamu ve 41’i özel laboratuvar olmak üzere toplam 59 laboratuvarın katılımı ile düzenlenmiştir.

Aflatoksin (AFL) içeriklerinin analiz edilmesi amacıyla TOK005 kodlu Fındıkta Aflatoksin Saptanması yeterlilik testi materyali başvuruda bulunan katılımcılara 11.04.2017 tarihinde gönderilmiştir.

Katılımcıların tamamı tarafından bildirimi yapılan sonuçlar uygun istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmiş ve atanmış değer hesaplanarak katılımcıların performansı ortaya konmuştur.

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$
AFL B1	6,54	57	59	97
AFL B2	6,10	54	56	96
AFL G1	8,38	55	56	98
AFL G2	5,75	53	56	95
Toplam AFL	26,56	58	59	98

1. GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” 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 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 kılınmıştır.

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 (YTM) hazırlanması amacıyla temin edilen yığın fındık materyali belirli oranda su ile karıştırılarak sulu karışım elde edildi. Bu karışıma AFL B1, B2, G1 ve G2 standartları ilave edildi ve homojen hale getirildi. Daha sonra yeterlilik test materyali kaplarına her biri yaklaşık 120 gram olacak şekilde aktarılarak etiketlendi ve kaplar sıra ile numaralandırıldı. Numuneler gönderilecekleri güne kadar derin dondurucuda ($\sim -18^{\circ}\text{C}$) saklandı.

3.2. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

Homojenliğin doğrulanması için, bilgisayar ortamında oluşturulan rastgele sayılara göre numaralandırılmış kaplardan seçilerek tekrarlanabilirlik koşulları altında bağımsız şekilde çift tekrarlı analiz yapıldı. Homojenlik, ISO 13528'e göre değerlendirildi [3]. Test materyalinin yeterli homojenliğe sahip olduğu gösterildi. Homojenliğe ait özet bilgi Tablo 2' de verilmektedir.

Kararlılık çalışması eşzamanlı deneysel tasarım kullanılarak planlandı [6]. Çalışma buzdolabında 18 gün (test materyali gönderimi ve katılımcı analiz sonucu son bildirim zaman aralığını içerecek şekilde katılımcı YTM saklama koşulları) ve oda sıcaklığında 72 saat (katılımcıya azami ulaşım süresi ve maksimum sıcaklık) olacak şekilde yürütüldü. Kontrol amacıyla derin dondurucuda (-18°C 'de) bulunan numuneler kullanıldı.

Kararlılığın kontrolü için belirtilen süreler sonunda tekrarlanabilirlik koşulları altında çift tekrarlı analiz yapıldı [1]. Değerlendirme ISO 13528'e göre yapılarak belirtilen sürelerde test materyalinin yeterli kararlılığa sahip olduğu gösterildi. Kararlılığa ait özet bilgi Tablo 3' de verilmektedir.

3.3. DAĞITIM

Derin dondurucuda (-18°C 'de) bulunan fındık yeterlilik test materyali 11.04.2017 tarihinde buz akülü straforlu kutulara konularak 59 laboratuvara aynı anda gönderildi. Test materyali ile birlikte üst yazı ve katılımcı laboratuvar kodunun da bulunduğu '**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**' katılımcılara iletildi.

Tablo 2. Homojenlik deęerlendirmesine ait özet bilgi tablosu

ISO 13528'e göre	AFL B1 (µg/kg)	AFL B2 (µg/kg)	AFL G1 (µg/kg)	AFL G2 (µg/kg)
Ortalama	5,54	5,60	6,60	5,28
σ_{pt}	1,44	1,34	1,84	1,27
0,3 σ_{pt} (kritik deęer)	0,43	0,40	0,55	0,38
s_x (örnek ort. std.sapma)	0,11	0,19	0,13	0,33
s_w (örnekler-içi std.sapma)	0,26	0,40	0,33	0,46
s_s (örnekler-arası std.sapma)	0,00	0,00	0,00	0,00
$s_s < 0,3\sigma$	GEÇER	GEÇER	GEÇER	GEÇER

Tablo 3. Kararlılık deęerlendirmesine ait özet bilgi tablosu

ANALİT	AFL B1			AFL B2			AFL G1			AFL G2		
	t1	t2	t3	t1	t2	t3	t1	t2	t3	t1	t2	t3
Sıcaklık (~ °C)	-18	4	22	-18	4	22	-18	4	22	-18	4	22
Süre (gün)	-	17	4	-	17	4	-	17	4	-	17	4
Ortalama	5,28	5,37	5,20	5,30	5,35	5,16	6,33	6,39	6,23	5,33	5,17	5,09
y1 - y2	-	0,093	0,081	-	0,055	0,139	-	0,062	0,094	-	0,163	0,240
u (sıcak.ort.)	-	0,160	0,099	-	0,175	0,148	-	0,160	0,127	-	0,150	0,317
0,3 $\sigma_{pt} + u$	-	0,592	0,531	-	0,577	0,550	-	0,712	0,679	-	0,531	0,698
y1 - y2 $\leq 0,3\sigma_{pt} + u$		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER		GEÇER	GEÇER

4. SONUÇLAR

Katılımcılardan fındık YT materyalinde bulunan AFL B1, B2, G1, G2 ve toplam AFL düzeyini tespit etmeleri, geri kazanıma göre düzeltilmiş sonuçları µg/kg olarak ve geri kazanım değerlerini yüzde olarak ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİKOTOKSİN**’ ‘e kaydetmeleri istendi. Başvuruda bulunan 59 katılımcının tamamı tarafından form iletildi. Üç (3) laboratuvar tarafından, bildirilmesi gereken AFL B2, AFL G1 ve AFL G2 sonucu bildirilmedi.

5. SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

Atanmış değerin ve belirsizliğinin hesaplanması için katılımcı sonuçlarından elde edilen uzlaşma değeri kullanıldı. İletilen sonuçlardan atanmış değer belirlenmeden önce veriler uygunlukları yönünden değerlendirildi. Kaba hata tespiti, geri kazanımı bildirilmeyen sonuçların tespiti, tanımlayıcı istatistik, normal dağılıma uygunluk (Shapiro-Wilk genişletilmiş test) değerlendirmesi yanında görsel inceleme (histogram, noktasal grafik, çekirdek yoğunluk kestirimi vb.) yapıldı. Kaba hata olduğu tespit edilen sonuçlar çıkarılarak geri kalan sonuçların normal dağılıma uygunlukları test edildi ve sonrasında sağlam ortalama ve sağlam standart sapma hesaplandı.

5.1. ATANMIŞ DEĞER

MS Excel kullanılarak Huber H15 (c: 1,5 ve yakınsama kriteri: 1e-4) yöntemiyle sağlam ortalama ve sağlam standart sapma hesaplandı [5, 7]. Sağlam ortalama atanmış değer (x_{pt}) olarak alındı ve belirsizliği $u(x_{pt})$ sağlam standart sapma ile hesaplandı [3]. Atanmış değerin belirsizliği aşağıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

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

s*: Sağlam (robust) standart sapma

5.2. YETERLİLİK STANDART SAPMASI

Yeterlilik standart sapması (σ_{pt}) genel model olan Thompson tarafından modifiye edilmiş Horwitz yöntemi ile hesaplandı. Konsantrasyonu 120 ppb'den düşük analitler için kullanılan aşağıdaki eşitlik ile σ_{pt} hesaplanmıştır [4].

$$\sigma_{pt} = 0,22 \times c$$

c : analit konsantrasyonu (atanmış değer), boyutsuz kütle oranı şeklinde ifade edilir (ör. 1 ppb = 10^{-9})

5.3. PERFORMANS DEĞERLENDİRME

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

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

x_i : katılımcı tarafından raporlanan ölçüm sonucu

x_{pt} : atanmış değer

σ_{pt} : yeterlilik standart sapması

Katılımcıların atanmış değerden sapmalarını yeterlilik standart sapması yardımıyla kıyaslayan z-skoru aşağıdaki gibi yorumlanmaktadır:

$ z \leq 2$	Uygun sonuç
$2 < z < 3$	Sorgulanabilir sonuç
$ z \geq 3$	Uygun olmayan sonuç

5.4. KATILIMCI SONUÇLARI VE Z-SKORLARI

Her bir analit için özet istatistik değerlendirmesi Tablo 4' de, atanmış değerler ve yeterlilik standart sapmaları Tablo 5'de, $|z| \leq 2$ aralığında yer alan skorların sayısı ve yüzdesi Tablo 6'da verilmektedir. Katılımcıların sonuç bildirim formu ile beyan ettikleri sonuçlar z-skorumları ile birlikte Tablo 7' de özetlenmektedir ve Şekil 1, 2, 3, 4 ve 5'de histogram ile gösterilmektedir.

Tablo 4. Her Bir Analit İçin Özet İstatistik Değerlendirmesi

	AFL B1	AFL B2	AFL G1	AFL G2	Toplam AFL
Sonuç sayısı	59	56	56	56	59
Sonuç aralığı (µg/kg)	3,89 - 18,63	3,6 - 60,53	5,41 - 22,75	2,09 - 66,64	17,44 - 168,55
Sonuçların ortancası (µg/kg)	6,67	6,07	8,52	5,76	26,83
Sonuçların ortalaması (µg/kg)	6,79	7,10	8,66	6,85	29,09
Atanmış değer (µg/kg)	6,54	6,10	8,38	5,75	26,56
Yeterlilik standart sapması (µg/kg)	1,44	1,34	1,84	1,27	5,84
$ z \leq 2$ sonuç sayısı	57	54	55	53	58
$2 < z < 3$ sonuç sayısı	1	1	0	2	0
$ z \geq 3$ sonuç sayısı	1	1	1	1	1

Tablo 5. Atanmış Değerler ve Yeterlilik Standart Sapmaları

Analit	Veri sayısı, n	Atanmış değer, x_{pt} , birim	Belirsizlik, u	Yeterlilik standart sapması, σ_{pt} , birim
AFL B1	59	6,54	0,1608	1,44
AFL B2	56	6,10	0,1788	1,34
AFL G1	56	8,38	0,2229	1,84
AFL G2	56	5,75	0,1839	1,27
Toplam AFL	59	26,56	0,5847	5,84

Tablo 6. $|z| \leq 2$ Aralığında Yer Alan z-skoru Sayısı ve Yüzdesi

Analit	$ z \leq 2$ skor sayısı	Toplam skor sayısı	$ z \leq 2$ yüzdesi %
AFL B1	57	59	97
AFL B2	54	56	96
AFL G1	55	56	98
AFL G2	53	56	95
Toplam AFL	58	59	98

Tablo 7. Katılımcı Sonuçlarının Özeti ve z-skorları ($|z| > 2$ aralığında Yer Alan z-skorları Kırmızı ile İşaretlenmiş Şekilde Gösterilmektedir)

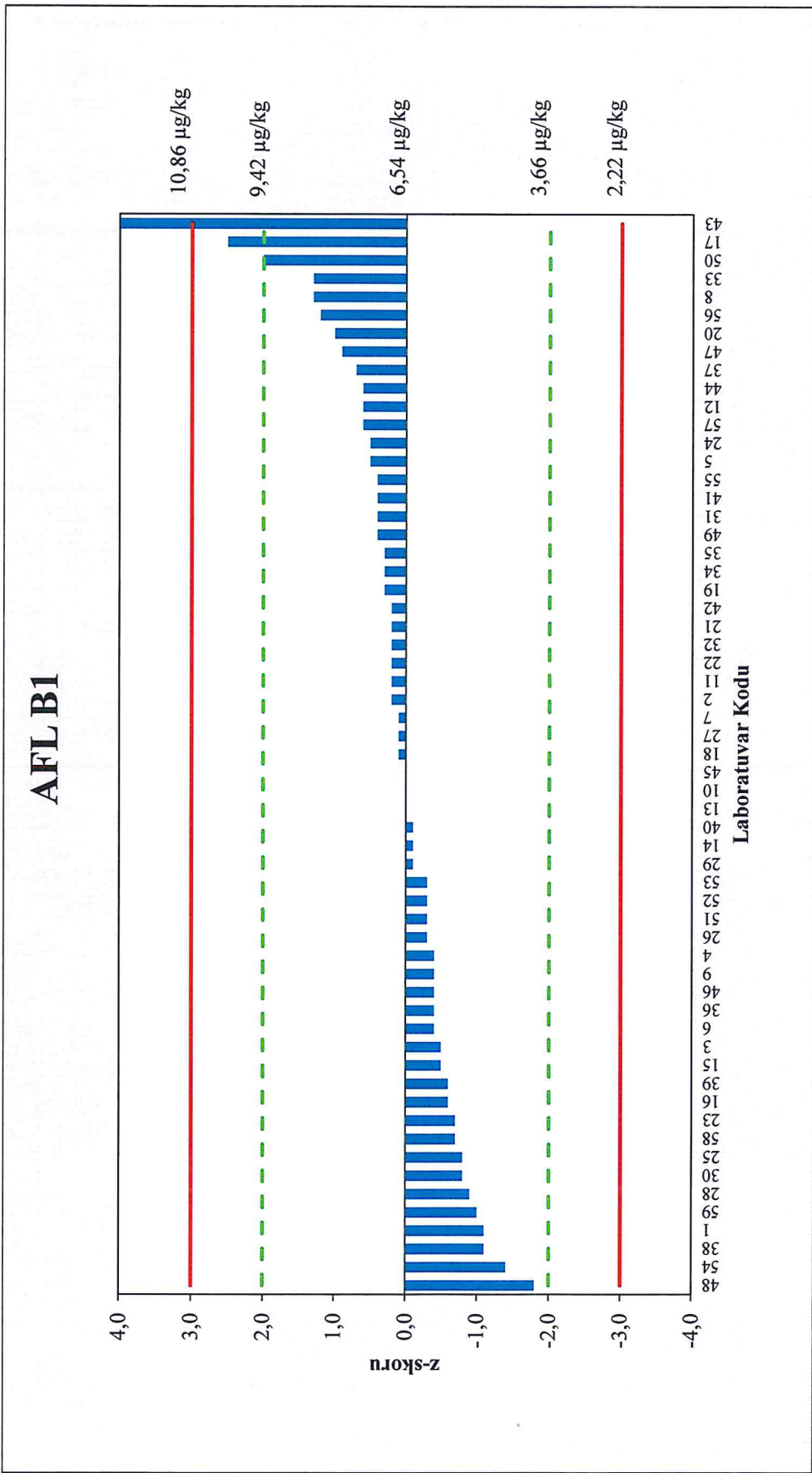
Lab. Kodu	AFL B1				AFL B2				AFL G1				AFL G2				Toplam AFL			
	Atanmış Değer		6,54 µg/kg		Atanmış Değer		6,10 µg/kg		Atanmış Değer		8,38 µg/kg		Atanmış Değer		5,75 µg/kg		Atanmış Değer		26,56 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	
1	4,98	80	-1,1		3,60	91	-1,9		6,74	93	-0,9		4,08	74	-1,3		19,43		-1,2	
2	6,76	99,1	0,2		5,94	99,2	-0,1		8,19	98,1	-0,1		5,93	98,3	0,1		26,83	98,6	0,0	
3	5,82	89,04	-0,5		5,62	92,34	-0,4		6,81	87,88	-0,9		5,25	92,38	-0,4		23,45	90,42	-0,5	
4	6,02	85	-0,4		5,78	81	-0,2		7,63	86	-0,4		5,45	78	-0,2		24,88		-0,3	
5	7,19	96,62	0,5		5,16	99,24	-0,7		10,21	95,7	1,0		5,34	99,18	-0,3		27,90		0,2	
6	5,94	95	-0,4		5,56	96	-0,4		7,46	89	-0,5		5,13	83	-0,5		24,09	92	-0,4	
7	6,73	90	0,1		6,15	107	0,0		8,78	89	0,2		5,59	93	-0,1		27,24		0,1	
8	8,35	92	1,3		5,55	93	-0,4		10,37	91	1,1		3,86	91	-1,5		28,13		0,3	
9	6,02	95	-0,4		6,51	96	0,3		8,90	96	0,3		6,27	96	0,4		27,63	96	0,2	
10	6,57	100,9	0,0		6,53	105,51	0,3		9,19	86,05	0,4		6,35	60,48	0,5		27,65	91,38	0,2	
11	6,80	102	0,2		5,81	103	-0,2		8,85	109	0,3		6,12	100,2	0,3		27,58	105	0,2	
12	7,39	91	0,6		6,56	74	0,3		9,43	92	0,6		5,71	64	0,0		29,09	88	0,4	
13	6,56	92	0,0		4,86	95	-0,9		7,95	85	-0,2		4,71	87	-0,8		24,09		-0,4	
14	6,41	84	-0,1		5,74	91	-0,3		7,42	86	-0,5		5,67	89	-0,1		25,24		-0,2	
15	5,76	90	-0,5		6,27	85	0,1		7,12	92	-0,7		3,98	78	-1,4		23,13		-0,6	
16	5,65	89,8	-0,6		5,73	91,3	-0,3		8,90	88,9	0,3		5,72	89,7	0,0		26,00		-0,1	
17	10,08	89	2,5		8,77	97	2,0		12,09	100	2,0		6,77	101	0,8		37,71		1,9	
18	6,67	102,14	0,1		6,51	99,46	0,3		8,52	104,81	0,1		6,36	93,12	0,5		28,06		0,3	
19	6,95	98,2	0,3														27,32	95,6	0,1	
20	7,93	82	1,0		7,41	80	1,0		10,89	80	1,4		6,98	75	1,0		33,21	79	1,1	
21	6,85	83	0,2		7,18	84	0,8		6,74	95	-0,9		4,51	86	-1,0		25,28		-0,2	
22	6,82	86	0,2		6,05	90	0,0		7,67	90	-0,4		5,24	90	-0,4		25,79		-0,1	

Tablo 7. Katılımcı Sonuçlarının Özeti ve z-skorları ($|z| > 2$ aralığında Yer Alan z-skorları Kırmızı ile İşaretlenmiş Şekilde Gösterilmektedir)

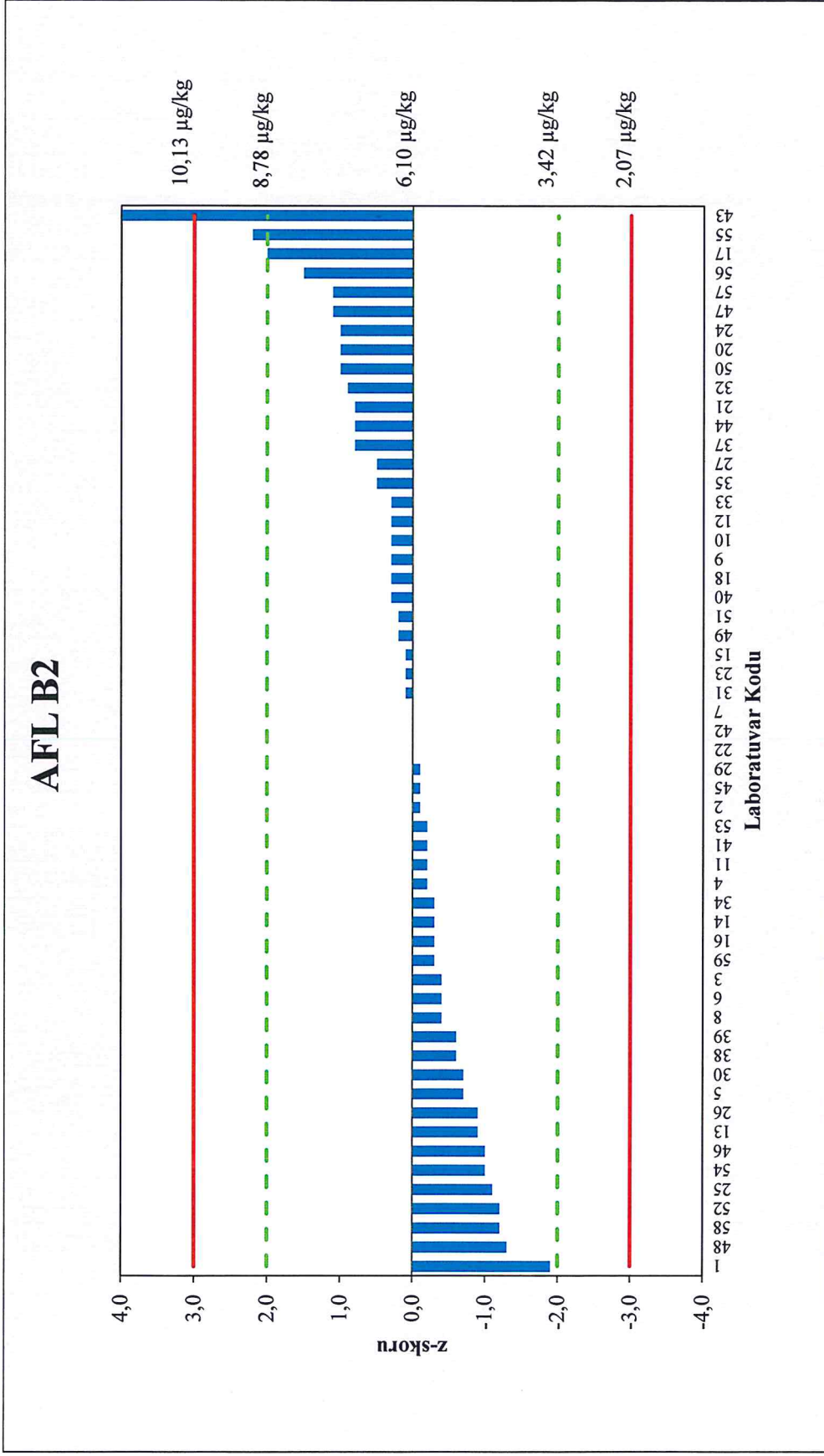
Lab. Kodu	AFL B1				AFL B2				AFL G1				AFL G2				Toplam AFL			
	Atanmış Değer		6,54 µg/kg		Atanmış Değer		6,10 µg/kg		Atanmış Değer		8,38 µg/kg		Atanmış Değer		5,75 µg/kg		Atanmış Değer		26,56 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	
23	5,60	94	-0,7		6,26	86	0,1		7,19	96	-0,6		6,07	83	0,2		25,12		-0,2	
24	7,27	94,65	0,5		7,42	99,51	1,0		9,28	101,02	0,5		8,29	70,04	2,0		31,14		0,8	
25	5,45	105	-0,8		4,58	104	-1,1		7,08	100	-0,7		4,30	90	-1,1		21,41		-0,9	
26	6,05	74	-0,3		4,90	77	-0,9		8,17	82	-0,1		4,87	80	-0,7		23,99		-0,4	
27	6,67	93	0,1		6,82	95	0,5		7,83	77	-0,3		6,48	84	0,6		27,80		0,2	
28	5,23	89,33	-0,9		Sonuç Bildirmedi				Sonuç Bildirmedi				Sonuç Bildirmedi				21,94		95,28	
29	6,33	99	-0,1		6,00	95	-0,1		8,98	101	0,3		6,27	104	0,4		27,58		100	
30	5,40	104	-0,8		5,18	103	-0,7		7,92	106	-0,3		6,78	96	0,8		25,28		102	
31	7,09	98	0,4		6,17	104	0,1		8,59	97	0,1		6,06	97	0,2		27,91		0,2	
32	6,83	87	0,2		7,30	91	0,9		9,29	88	0,5		5,59	92	-0,1		27,86		93	
33	8,45	82,99	1,3		6,57	104,62	0,3		9,74	104,95	0,7		4,95	117,15	-0,6		29,71		95,3	
34	6,98	85	0,3		5,76	81	-0,3		9,95	99	0,9		6,36	77	0,5		29,05		0,4	
35	7,04	87	0,3		6,80	86	0,5		7,86	84	-0,3		4,92	82	-0,7		26,67		84,75	
36	5,96	92,33	-0,4		Sonuç Bildirmedi				Sonuç Bildirmedi				Sonuç Bildirmedi				23,58		92,49	
37	7,54	90	0,7		7,13	91,7	0,8		9,12	92	0,4		7,80	77,6	1,6		31,59		0,9	
38	4,92	96,3	-1,1		5,30	93,57	-0,6		7,00	91,01	-0,7		6,37	56,38	0,5		23,59		-0,5	
39	5,75	90,74	-0,6		5,35	89,36	-0,6		7,15	89,1	-0,7		5,93	83,67	0,1		24,18		88,98	
40	6,42	84	-0,1		6,47	84	0,3		9,15	75	0,4		6,22	70	0,4		28,26		0,3	
41	7,15	105,5	0,4		5,87	88,78	-0,2		8,66	93,22	0,2		5,79	70	0,0		25,22		96,37	
42	6,87	75,15	0,2		6,09	92,97	0,0		8,11	79,29	-0,1		5,45	87,48	-0,2		26,52		0,0	
43	18,63	88,39	8,4		60,53	96,68	40,6		22,75	85,65	7,8		66,64	90,35	48,1		168,55		90,27	
44	7,47	86	0,6		7,14	83	0,8		9,67	85	0,7		6,92	74	0,9		31,20		82	

Tablo 7. Katılımcı Sonuçlarının Özeti ve z-skorları ($|z| > 2$ aralığında Yer Alan z-skorları Kırmızı ile İşaretlenmiş Şekilde Gösterilmektedir)

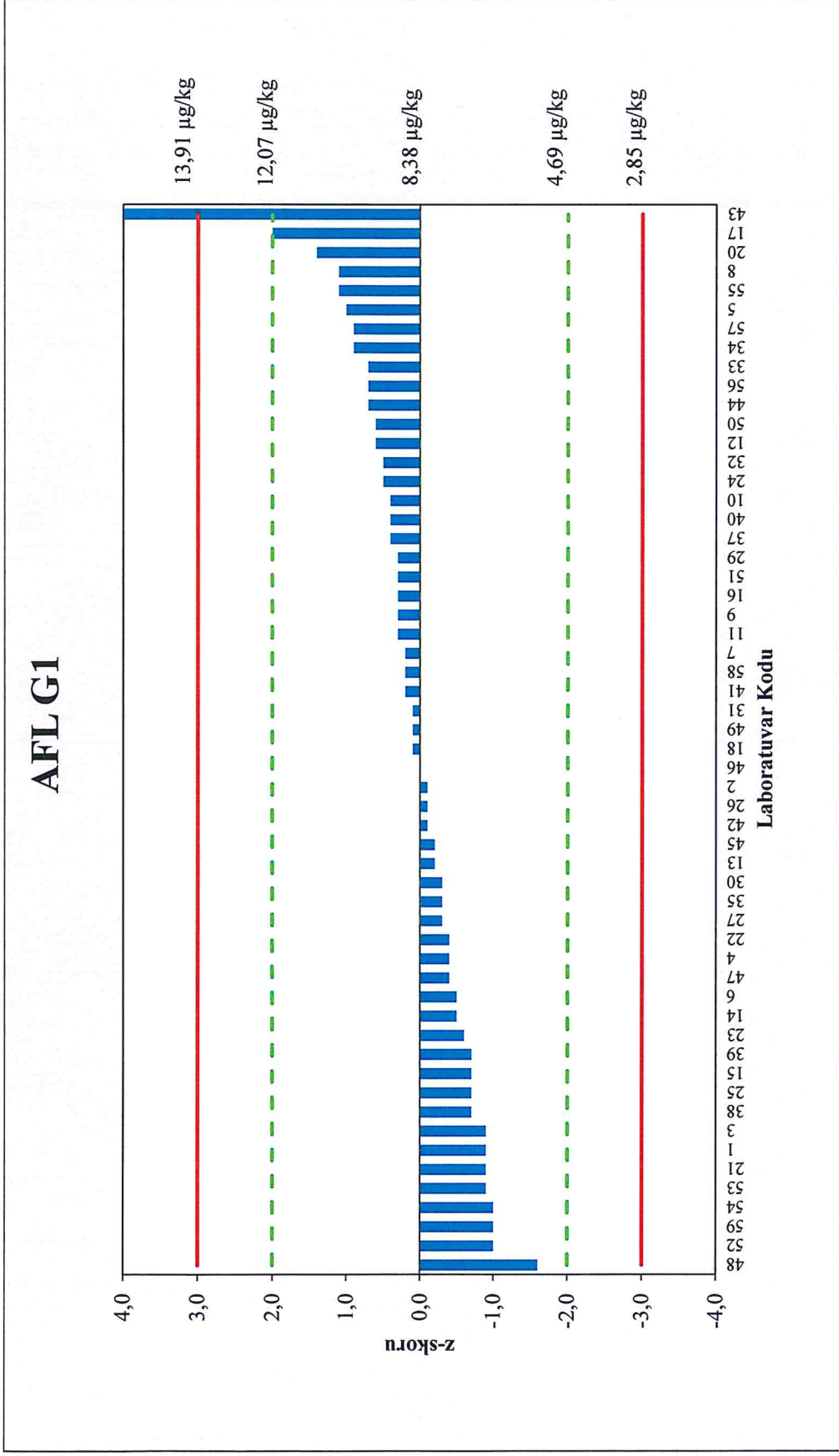
Lab. Kodu	AFL B1				AFL B2				AFL G1				AFL G2				Toplam AFL			
	Atanmış Değer		6,54 µg/kg		Atanmış Değer		6,10 µg/kg		Atanmış Değer		8,38 µg/kg		Atanmış Değer		5,75 µg/kg		Atanmış Değer		26,56 µg/kg	
	Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru		Sonuç (µg/kg)	Geri Kazanım (%)	z-skoru	
45	6,57	89,06	0,0		5,99	94,13	-0,1		8,06	92,39	-0,2		6,27	94,67	0,4		26,89		0,1	
46	5,98	94	-0,4		4,80	97	-1,0		8,38	92	0,0		4,08	86	-1,3		23,25		-0,6	
47	7,89	82	0,9		7,55	78	1,1		7,57	87	-0,4		6,61	81	0,7		29,62	82	0,5	
48	3,89	93,4	-1,8		4,31	96,6	-1,3		5,41	108	-1,6		3,83	96	-1,5		17,44	99	-1,6	
49	7,07	85,62	0,4		6,35	88,74	0,2		8,52	86,09	0,1		5,73	89,52	0,0		27,70	87,2	0,2	
50	9,39	76	2,0		7,39	80	1,0		9,45	88	0,6		7,19	74	1,1		33,42		1,2	
51	6,10	101,7	-0,3		6,40	94,5	0,2		8,91	93,6	0,3		4,94	86,8	-0,6		26,35		0,0	
52	6,16	86,89	-0,3		4,48	98,76	-1,2		6,61	94,02	-1,0		2,09	77,13	-2,9		20,28	86,79	-1,1	
53	6,18	96	-0,3		5,88	93	-0,2		6,70	83	-0,9		6,44	85	0,5		25,20	89,25	-0,2	
54	4,52	91	-1,4		4,73	96	-1,0		6,63	97	-1,0		5,44	82	-0,2		21,32		-0,9	
55	7,17	95	0,4		9,04	77	2,2		10,37	87	1,1		9,07	76	2,6		35,66		1,6	
56	8,25	85,07	1,2		8,08	86,25	1,5		9,74	89,69	0,7		7,16	89,64	1,1		33,02	87,86	1,1	
57	7,38	84	0,6		7,57	83	1,1		10,02	81	0,9		7,42	76	1,3		32,39		1,0	
58	5,58	99,57	-0,7		4,43	100,56	-1,2		8,74	99,71	0,2		4,99	102,05	-0,6		23,74		-0,5	
59	5,08	100,5	-1,0		5,72	100	-0,3		6,62	102,8	-1,0		4,98	102	-0,6		22,42	101,4	-0,7	



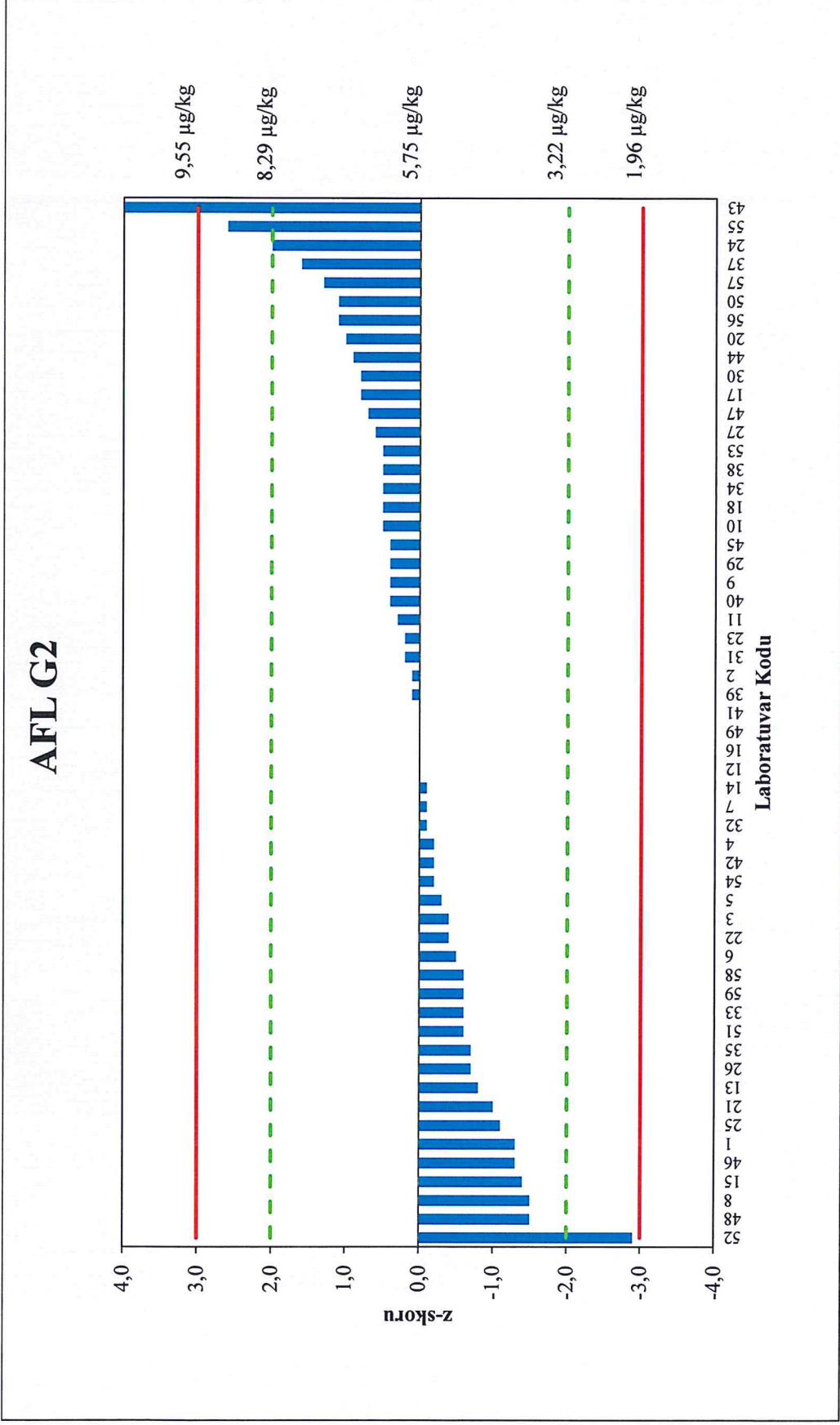
Şekil 1. Aflatoksin B1 z-skorları Histogramı



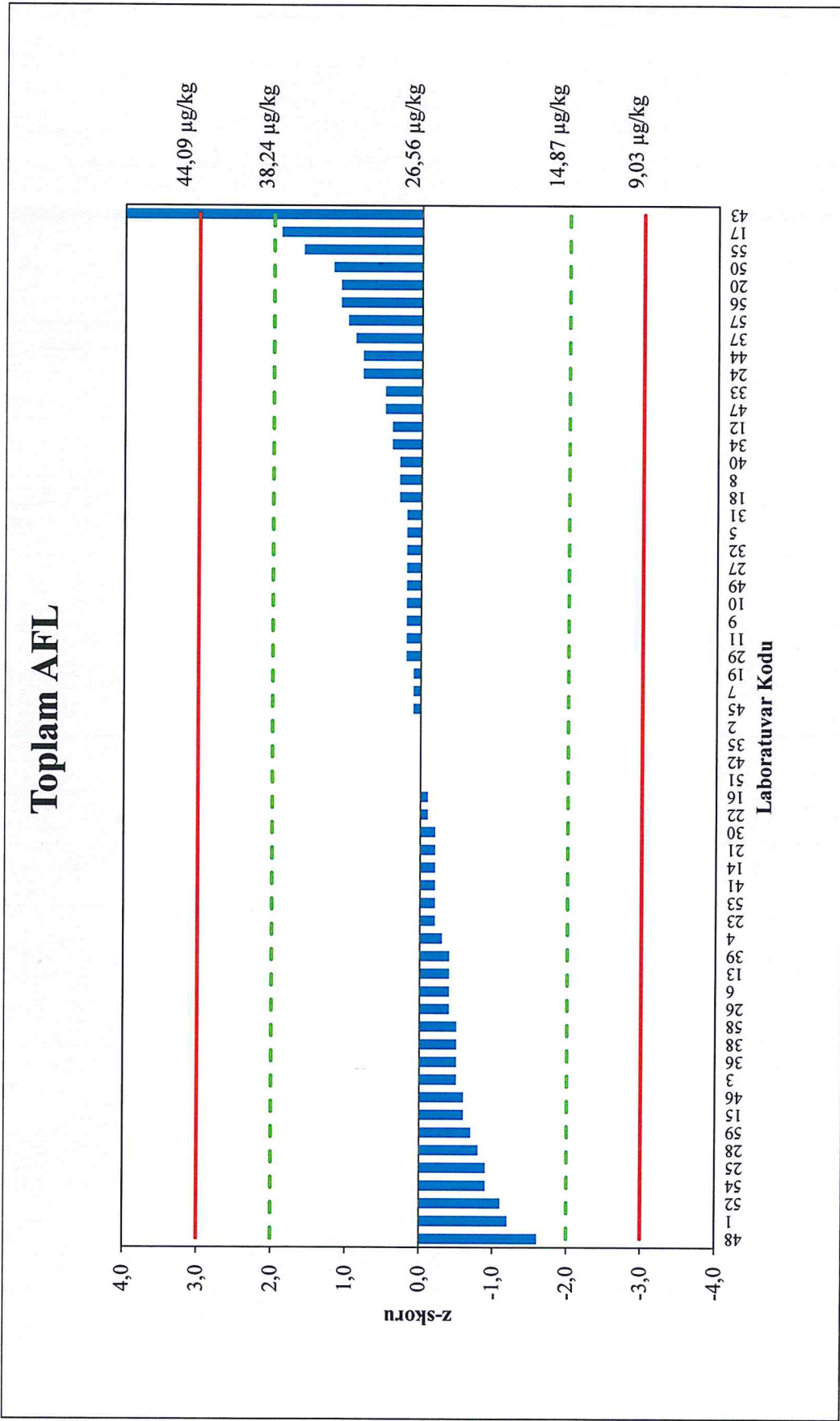
Şekil 2. Aflatoxin B2 z-skorları Histogramı



Şekil 3. Aflatoksin G1 z-skorları Histogramı



Şekil 4. Aflatoksin G2 z-skorları Histogramı



Şekil 5. Toplam Aflatoksin z-skorumları Histogramı

6. ANALİZ BİLGİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

‘YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU-MİKOTOKSİN’ ile birlikte doldurulması istenen analiz bilgileri katılımcıların tamamı tarafından doldurularak gönderilmiştir. Katılımcıların beyanları doğrultusunda bilgiler özetlenerek Tablo 8’de sunulmaktadır.

Tablo 8. Katılımcı Analiz Bilgileri

Akredite Metot																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																	
Evet	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	53	54	55	56	57	58	59																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																								
Hayır	24	52																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																															

SPE	55 56 57 58 59
Santrifüj	9 10 11 16 19 22 45
Belirtmemiş	33
	32

HPLC Enjeksiyon Hacmi (µl)

≥ 5 - < 10	-
≥ 10 - < 25	6 9 17 20 23 33 44 47 57
≥ 25 - < 50	-
≥ 50 - < 100	13 27 29 45
≥ 100 - < 150	1 2 3 4 5 8 10 11 12 14 15 16 18 19 21 22 24 25 26 28 30 31 32 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 46 48 49 50 51 52 53 54 55 56 58 59
≥ 150	7

HPLC Kolon Sıcaklığı (°C)

ortam sıcaklığı	5 14 15 30 34 38 43 52 56 59
> ortam sıcaklığı - < 30	10 12 18 21 24 28 32 36 37 40 47 51 54 55
≥ 30 - < 40	13 19 27 33 45 46 48 50 53
≥ 40 - < 50	1 2 3 4 6 7 8 9 16 17 20 22 23 25 26 29 31 35 39 41 42 44 49 57 58
Belirtmemiş	11

Mobil Faz Bileşenleri

Kit	33
Metanol / HNO3 ve KBr	45
Metanol / Asetonitril / HNO3 ve KBr	3
Su / Metanol / Asetonitril	22 27 28 30 34 42
Su / Metanol / Asetonitril / Formik asit	29
Su / Metanol / Asetonitril / KBr	50
Su / Metanol / Asetonitril / NaHCO3 / HNO3	54
Su / Metanol / HNO3 ve KBr	2 6 11 17 18 20 23 37 44 49 56 57
Su / Metanol / Asetonitril / HNO3 ve KBr	1 4 5 7 8 9 10 12 13 14 15 16 19 21 24 25 26 31 32 35 36 38 39 40 41 43 46 47 48 51 52 53 55 58 59

Mikotoksin Belirleme Yöntemi

HPLC	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59
LC-MS-MS	33

Akış Hızı (ml/dk)

≥ 0,25 - < 0,75	33
≥ 0,75 - < 1,25	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15

16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30
 31 32 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46
 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59

Türevlendirme

Belirtmemiş 33
 Yok 19
 Pre-kolon 27
 Kobracell 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
 16 17 18 20 21 22 23 24 25 26 28 29 30 31 32
 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48
 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59

Detektör tipi

Floresans det. 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30
 31 32 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46
 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59
 MS-MS 33

7. GÖZLEMLER

Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü'nün yetkilendirdiği 59 kamu ve özel laboratuvarın başvurusuyla gerçekleşen TOK005 fındıkta aflatoksin saptanması yeterlilik test çevrimi sonucunda katılımcıların büyük çoğunluğunun başarılı olduğu gözlemlenmiştir. Başarılı sonuç yüzdesinin AFL B1 %97, AFL B2 %96, AFL G1 %98, AFL G2 %95 ve Toplam AFL %98 olduğu görülmektedir.

8. REFERANSLAR

- (1) Thompson, M., Ellison, S.L.R., Wood, R., The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. Pure Appl. Chem., 2006. 78(1): 145–196.
- (2) ISO/IEC 17043:2010 “Conformity assessment - General requirements for proficiency testing”
- (3) ISO 13528:2015 “Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons”
- (4) 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.
- (5) Analytical Methods Committee, Robust statistics: a method of coping with outliers, Technical brief No 6, Apr 2001.
- (6) Lamberty, A., Schimmel, H., Pauwels, J. The study of the stability of reference materials by isochronous measurements. Fresenius J. Anal. Chem., 1998, 360, 359-361.
- (7) Analytical Methods Committee, Robust Statistics – How Not To Reject Outliers, Part 1. Basic Concepts. Analyst, 1989, Vol.114, 1693 – 1697.