



# DOMATESTE KLORLU PESTİSİT TAYİNİ YETERLİLİK TESTİ ÇALIŞMASI PROTOKOLÜ

TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA GRUBU LABORATUVARLARI

Protokol No: KAR-G3KI-170.2011.01

Organizatör: Dr. Fatma AKÇADAĞ

Eylül 2011  
Gebze-Kocaeli

## İÇİNDEKİLER

1. ÇALIŞMANIN AMACI .....	1
2. ORGANİZATÖR .....	1
3. ÇALIŞMAYA KATILIM .....	1
4. TEST ÖRNEĞİ .....	1
5. ÇALIŞMA PROGRAMI .....	2
6. TAYİN EDİLECEK PARAMETRELER .....	2
7. KULLANILACAK METOTLAR .....	2
8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI.....	2
9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	3
10. GİZLİLİK.....	3
10. KAYNAKLAR.....	3

## 1. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada gıda maddelerinde yapılan klorlu pestisit analizlerinde laboratuvarların performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır.

## 2. ORGANİZATÖR

Bu yeterlilik testi çalışması “ISO/IEC 17043 Conformity Assessment - General Requirements for Proficiency Testing” ve “ILAC-G13 Guidelines for the Requirements for the Competence of the Providers of Proficiency Testing Schemes” kılavuzlarına uygun olarak TÜBİTAK UME Kimya Grubu Laboratuvarları tarafından organize edilmektedir.

### Yazışma adresi :

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME)  
Kimya Grubu Laboratuvarları  
Gebze Yerleşkesi P.K. 54. 41470 Gebze-KOCAELİ  
T (262) 679 50 00 F (262) 679 50 01  
www.ume.tubitak.gov.tr

**Organizatör:** Fatma AKÇADAĞ  
e-mail: fatma.akcadag@ume.tubitak.gov.tr

**Teknik Komite :** Fatma AKÇADAĞ, Burcu GÖKÇEN, Mine BİLSEL, Melis BAĞIŞ

## 3. ÇALIŞMAYA KATILIM

Çalışma tüm laboratuvarlara açık olup ücretli olarak düzenlenir. Katılım ücreti çalışma duyurusu ile birlikte katılımcılara bildirilir.

## 4. TEST ÖRNEĞİ

Test örneği olarak, sertifikalı referans maddeler kullanılarak hazırlanmış domates püresi kullanılmıştır. Hazırlanan örnek içerisine **50-300 µg/kg** klorlu pestisit eklenmiştir. Tüm örnekler katılımcılara kargo ile aynı zamanda gönderilir. Test örneğinin – **20 °C’da** saklanması gerekir.

Katılımcı laboratuvarlar gönderilen test örneğini aldıklarında ambalajının sağlam olup olmadığını kontrol eder ve <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> web sayfasındaki “Örnek Alındı Formunda” gerekli bilgileri girerler.

## 5. ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışma yılda iki kez düzenlenir. Domatesler blender ile püre haline getirilir ve sertifikalı referans maddeler kullanılarak istenen derişimlerde klorlu pestisit karışıma eklenir. Hazırlanan karışım mekanik karıştırıcı ile 2-4 h karıştırılarak homojen hale getirilir. Bu karışımdan yaklaşık 100 g cam kavanozlarda paketlenerek katılımcı laboratuvarlara gönderilir. Laboratuvarların test örneğini analiz ederek, sonuçları <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> web sayfasındaki “VERİ GİRİŞİ” bölümü doldurup **14/10/2011** tarihine kadar göndermeleri gerekir. Veri girişi için herbir laboratuvara ayrı bir kullanıcı ismi ve parola verilir. Kullanıcı adı ve parola katılımcı laboratuvarlara e-posta ile gönderilir.

Katılımcı laboratuvarların sonuçları istatistiksel olarak değerlendirilerek z-skorumları hesaplanır. Değerlendirme işlemi sonucunda yeterlilik testi çalışması sonuç raporu hazırlanır. Raporun taslak hali web sayfasında yayınlanır. Katılımcı laboratuvarların iki hafta içerisinde raporla ilgili varsa düzeltme önerileri bildirmeleri istenir. Daha sonra raporda uygun bulunan düzeltmeler organizatör tarafından bir hafta içerisinde yapılır ve raporun son hali web sayfasında yayınlanır. Raporun son hali yayımlandıktan sonra katılımcı laboratuvarlar iyi olmayan sonuçlarını geri çekemezler. Katılımcı laboratuvarlara ayrıca Katılım Belgesi posta ile gönderilir.

## 6. TAYİN EDİLECEK PARAMETRELER

Test örneği 4,4-DDT, 4,4-DDD, 4,4-DDE, Aldrin, Endrin, Endrin Aldehyde, Dieldrin, Endosulfan I, Endosulfan II, Endosulfan sulfate, Heptachlor, Heptachlor Epoxide (Isomer B), Methoxychlor, Alfa-BHC, Beta-BHC, Delta-BHC, Gama-BHC, Endrinetone pestisitleri içermektedir. Bu çalışmada sadece **Endosulfan I, Endosulfan sulfate, Alfa-BHC, Heptachlor, Aldrin ve 4,4-DDD** pestisitlerinin analizleri yapılacaktır.

## 7. KULLANILACAK METOTLAR

Laboratuvarlara, rutin analizlerde uyguladıkları metodu kullanarak test örneğini analiz etmeleri, analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilmektedir.

## 8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI

Yeterlilik testi sonuçlarının bildirilmesi ve sonuç raporuna ulaşması <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> web sayfası aracılığı ile yapılır. Laboratuvarların ölçüm sonuçlarının ortalamasını, standart sapma değerlerini ve analizlerde kullandıkları metodu <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> adresinde bulunan “VERİ GİRİŞİ” bölümünden göndermeleri istenir. Sonuçların **14/10/2011** tarihine kadar gönderilmesi gerekir. Zamanında gönderilmeyen sonuçlar değerlendirmeye alınmaz.

## 9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

### Referans değerin belirlenmesi:

Bu çalışmada, referans değeri TÜBİTAK UME Kimya Grubu Laboratuvarları tarafından belirlenir.

### z-skoru:

z-skorları (9.1) eşitliği kullanılarak hesaplanır.

$$z = \frac{x - X}{\sigma} \quad (9.1)$$

Burada,

- X : referans değeri  
x : katılımcı laboratuvar sonucu  
 $\sigma$  : Yeterlilik testi değerlendirme için standart sapma

## 10. GİZLİLİK

Laboratuvarlara ait sonuçların gizliliği esastır. Hazırlanan web tabanlı sistemin güvenliği için gerekli önlemler tarafımızca alınmıştır. Katılımcı laboratuvarlara ait bilgiler hiçbir şekilde üçüncü şahıslarla paylaşılmaz. Katılımcı laboratuvarlar sistemde kendilerine verilen şifreyi değiştirebilirler.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilir. Sonuç raporunda her laboratuvar sadece kendisinin bildiği bu numara ile tanımlanır ve sonuçlar laboratuvar numaraları ile raporlanır.

## 10. KAYNAKLAR

1. ISO/IEC 17043 Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing, 2010
2. ILAC-G13 Guidelines for the Requirements for the Competence of the Providers of Proficiency Testing Schemes, 2007
3. ISO/IEC 17025 General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories, 2005
4. Thompson, M., Ellison, S.R. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, Pure&Appl. Chem., 2006, Vol. 78, No. 1, pp. 145-196
5. ISO 13528 Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, 2005