



**GIDA MADDELERİNDE AFLATOKSİN TAYİNİ
YETERLİLİK TESTİ RAPORU**

**TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI**

Rapor No: KAR-G3RM-510.2014.02

Koordinatör: Dr. Fatma AKÇADAĞ

**23 Aralık 2014
Gebze/KOCAELİ**

Bu yeterlilik testi çalışması “ISO/IEC 17043: 2010 Conformity Assessment - General Requirements for Proficiency Testing” standardına uygun olarak TÜBİTAK UME Referans Malzemeler Laboratuvarı tarafından düzenlenmektedir.

Yazışma adresi

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME)
Referans Malzemeler Laboratuvarı
P.K. 54 41470 Gebze KOCAELİ
T (262) 679 50 00 F (262) 679 50 01
www.ume.tubitak.gov.tr

Koordinatör

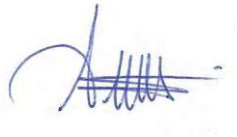
Dr. Fatma AKÇADAĞ
e-posta: ume.yeterliliktesti@tubitak.gov.tr

Teknik Komite

Fatma AKÇADAĞ, Nilgün TOKMAN, İmge OKTAY BAŞEĞMEZ,
Hayrettin ÖZER ve Alper İŞLEYEN

Referans Malzemeler Laboratuvarı Sorumlusu

Dr. Alper İŞLEYEN



* TÜBİTAK MAM GE

İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ	5
2. ÇALIŞMANIN AMACI	7
3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI.....	7
4. KULLANILAN METOTLAR	7
5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI	7
6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	9
7. KAYNAKLAR.....	14
8. EK-1 KURU İNCİR HOMOJENLİK VE KARARLILIK TESTİ SONUÇLARI	15
8.1. Homojenlik Testi	15
8.2. Kararlılık	17

TABLolar

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların kuru incirde aflatoksin analizlerde kullandıkları metotlar/cihazlar	8
Tablo 2. Kuru incirde aflatoksin tayini sonuçları ve z-skorları.....	11
Tablo 3. Kuru incirde z-skoru dağılımları	13
Tablo 4. Kuru incir sonuçların dağılımı	13
Tablo 5. Kuru incir homojenlik çalışması sonuçları	15
Tablo 6. Kuru incir homojenlik çalışması sonuçlarının t-testi ile değerlendirilmesi	16
Tablo 7. Kuru incir homojenlik çalışması sonuçlarının F-testi ile değerlendirilmesi	16
Tablo 8. Kuru incir - 20°C sıcaklıktaki kararlılık çalışması sonuçları.....	18
Tablo 9. Kuru incir 4 °C sıcaklıktaki kararlılık çalışması sonuçları.....	19
Tablo 10. Kuru incir - 20 °C ve 4 °C sıcaklıktaki kararlılık çalışması sonuçlarının t-testi ile değerlendirilmesi	20
Tablo 11. Kuru incir - 20 °C ve 4 °C sıcaklıktaki kararlılık çalışması sonuçlarının F-testi ile değerlendirilmesi	20
Tablo 12. Kuru incir - 20 °C ve 4 °C sıcaklıktaki kararlılık çalışması sonuçlarının değerlendirilmesinde elde edilen belirsizlik değerleri	20

ŞEKİLLER

Şekil 1. Kuru incirde AFB ₁ tayini z-skorları.....	12
Şekil 2. Kuru incirde AFB ₂ tayini z-skorları.....	12
Şekil 3. Kuru incirde AFG ₁ tayini z-skorları	12
Şekil 4. Kuru incirde AFG ₂ tayini z-skorları	12
Şekil 5. Kuru incirde toplam AF tayini z-skorları.....	12

1. GİRİŞ

Aflatoksinler, gıda ve yemlerin üzerinde ve/veya içinde bulunan *Aspergillus flavus* veya *A. Parasiticus* küf mantarları tarafından üretilen toksik metabolitler olup en kuvvetli mikotoksinlerdir. Yapılan çalışmalar sonucunda aflatoksinlerin, B₁, B₂, G₁ ve G₂ olmak üzere dört temel bileşiği bulunduğu bunlara ek olarak gıda ve yemlere direkt kontamine olmuş M₁ ve M₂ olmak üzere iki metabolik ürünün daha olduğu saptanmıştır. En toksik etkisi olan hem kanser hem de gen yapısını değiştirebilen Aflatoksin B₁'dir.

Bir gıda maddesinde aflatoksin oluşması için ilk koşul, bu toksini yapan küfün gıda maddesine bulaşması, daha önemli olan ikinci koşul ise, gıdanın kendisinin ve bulunduğu ortamın küfün çoğalmasını sağlayacak şartlara sahip olmasıdır. Aflatoksin üreten küflerin gelişebilmesi için 25-35 °C derece sıcaklık ve % 70'in üzerinde neme ihtiyaç vardır. Küf gelişimi tarlada ekinlerde başlamakta, hasat ve yetersiz veya uygun olamayan kurutma koşulları ile gelişebilmekte, depolama ve taşıma sırasında bulaşma miktarı ile de artmaktadır. Küfler yiyecekler üzerinde pamuk görünümünde, bazen renkli oluşumlar yaparak ürerler. Hatta ürünün gözle görülür küf gelişmesi olmayan derin kısımlarına kadar girerler. Bu nedenle, küflenmiş gıdaların, küflenmiş kısımlarının atılarak diğer kısımlarının tüketilmesi yanlıştır. İnsanlar ve hayvanlar mikotoksinleri direk olarak, aflatoksine bulaşmış gıda ve yem maddelerini tüketerek alırlar. Aflatoksin bulaşmış yemle beslenen hayvanların yumurta, peynir ve süt gibi ürünlerine de toksin bulaşmış, olduğundan bu ürünlerin tüketimi ile aflatoksinler insanlara da geçmiş olur.

Sağlık açısından önemli bir tehlike olan aflatoksinler, genel olarak, hayvanlar ve insanlar üzerinde genotoksik ve karsinojen etkiye sahiptir. Yapılan çalışmalarda karaciğer kanseri ile aflatoksinli gıdaların tüketimi arasında bir ilişki olduğu saptanmıştır.

Kesin bir güvenliğin elde edilmesinin imkansız olduğunun anlaşılmasından sonra, birçok ülke aflatoksin riskini sınırlamak amacıyla gıda ve yem olarak kullanılacak ürünlerde düzenlemeler yapmışlardır. Tüketici ülkeler ve dünya piyasaları karsinojen olan aflatoksin açısından riskli ürünlerde aflatoksin limitinin sifıra indirilmesini hedeflemektedirler.

Maruz kalınan limitlerin sağlığın korunmasını sağlayan düzeyden daha az olması gerektiğinden aflatoksin miktarının doğru olarak belirlenmesi gıda güvenliği açısından büyük önem taşımaktadır. Yapılan ölçümlerin güvenilirliği ölçümlerin kalitesi ile belirlenir. Ölçüm kalitesi ise ölçüm sonuçlarının doğruluğu ve tekrarlanabilirliği ile doğru orantılıdır.

Bu nedenle, bu çalışmada gıda maddelerinde aflatoksin tayini yapan laboratuvarların performanslarının belirlenmesi amaçlanmıştır. Laboratuvar yeterlilik testleri, test ve ölçüm yapan laboratuvarların performansının belirlenmesinde önemli bir araçtır ve laboratuvarın kendi performansını diğer laboratuvarlarla karşılaştırma olanağı sağlar.

UME Kimya Grubu Laboratuvarları yeterlilik testlerinin önemini göz önüne alarak laboratuvarlarda yapılan ölçümlerin performansını belirlemek amacıyla yeterlilik testi çalışmaları organize etmektedir. Gıda maddelerinde aflatoksin tayini ile ilgili yeterlilik testleri düzenlenmesine ilk kez 2002 yılında başlanmıştır.

Bu dönem düzenlenen çalışmada, katılımcı laboratuvarların kuru incirde Aflatoksin B₁ (AFB₁), aflatoksin B₂ (AFB₂), aflatoksin G₁ (AFG₁), aflatoksin G₂ (AFG₂) ve toplam aflatoksin (toplam AF) tayini yapmaları istenmiş, çalışmaya katılmayı bildiren 3 laboratuvara numuneler 14 Ekim 2014 tarihinde kargo ile gönderilmiş ve laboratuvarlardan analiz sonuçlarını 14 Kasım 2014 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

2. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada gıda laboratuvarlarında yapılan aflatoksin tayinlerinde laboratuvarların performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır.

3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışmanın amacı, organizatörler, çalışmaya katılım koşulları, test örneği hakkında bilgi, çalışma programı, tayin edilecek parametreler, kullanılacak metotlar, sonuçların raporlanması ve çalışmanın gizliliği ile ilgili esasları içeren çalışma protokolü <http://www.ume.tubitak.gov.tr/tr/lak/kimya-grubu-laboratuvarlari-yeterlilik-testi-listesi> adresinde yayınlanmıştır. Katılımcı laboratuvarlardan, çalışmalarını bu protokole uygun olarak yürütmeleri istenmiştir.

Bu çalışmada test örneği olarak “kuru incir” kullanılmıştır. Katılımcı laboratuvarların her iki örnekte de AFB₁, AFB₂, AFG₁, AFG₂ ve toplam AF tayini yapmaları istenmiştir. Yaklaşık 175 g kuru incir numunesi, çalışmaya katılmayı bildiren 3 laboratuvara numuneler 14 Ekim 2014 tarihinde kargo ile gönderilmiştir.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilmiştir. Laboratuvarların test örneğini analiz ederek sonuçları 14 Kasım 2014 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

4. KULLANILAN METOTLAR

Laboratuvarların test metodu olarak laboratuvarlarında rutin analizlerde uyguladıkları metotları kullanarak test örneğini analiz etmeleri istenmiştir. Analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilmektedir.

Bu çalışmaya katılan laboratuvarların analizlerde kullandıklarını bildirdikleri metotlar/cihazlar Tablo 1 ve Tablo 2’de verilmiştir.

5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI

Katılımcı laboratuvarlardan ölçüm sonuçlarının ortalamasını, belirsizlik hesaplamasının yapılması durumunda belirsizlik değerlerini, yapılmadığı durumda standart sapma değerlerini, analizlerde kullandıkları cihaz ve metodu kendilerine verilen kullanıcı adı ve şifresini kullanarak <http://www.ume.tubitak.gov.tr/tr/lak/kimya-grubu-laboratuvarlari-yeterlilik-testi-listesi> adresinde bulunan “VERİ GİRİŞİ” bölümüne girmeleri istenmiştir.

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların kuru incirde aflatoksin analizlerde kullandıkları metotlar/ cihazlar

Lab. No	AFB ₁		AFB ₂		AFG ₁		AFG ₂		Toplam AF	
	Kullanılan Metot	Kullanılan Cihaz	Kullanılan Metot	Kullanılan Cihaz	Kullanılan Metot	Kullanılan Cihaz	Kullanılan Metot	Kullanılan Cihaz	Kullanılan Metot	Kullanılan Cihaz
01	Rhone IFU	HPLC	Rhone IFU	HPLC	Rhone IFU	HPLC	Rhone IFU	HPLC	Rhone IFU	HPLC
02	AOAC.999.07	HPLC	AOAC.999.07	HPLC	AOAC.999.07	HPLC	AOAC.999.07	HPLC	AOAC.999.07	HPLC
03	AOAC 991.31. 1994	HPLC	AOAC 991.31. 1994	HPLC	AOAC 991.31. 1994	HPLC	AOAC 991.31. 1994	HPLC	AOAC 991.31. 1994	HPLC
UME	AOAC 999.07	HPLC-FLD	AOAC 999.07	HPLC-FLD	AOAC 999.07	HPLC-FLD	AOAC 999.07	HPLC-FLD	AOAC 999.07	HPLC-FLD

6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada, z-skoru hesaplamasında kullanılan referans değerler, kuru incir referans değerleri ise fizibilite çalışması homojenlik ve kararlılık testlerinden elde edilen sonuçların ortalamasından belirlenmiştir.

Bu çalışmada kullanılan kuru incir örneği, TÜBİTAK UME Referans Malzemeler Laboratuvarı tarafından sertifikasyonu yapılacak olan “kuru incirde aflatoksin” referans malzemesinin fizibilite çalışmalarında kullanılan ve analizleri gerçekleştirilmiş olan kuru incirdir.

Laboratuvarlar arası çalışmalarda sonuçların değerlendirilmesinde önemli etkenlerden bir tanesi de standart sapma değeridir. Bu değerın çalışmanın amacına uygun olarak belirlenmesi gerekir. Horwitz Eşitliği genel olarak bu çalışmalarda hedef standart sapma değerinin belirlenmesinde iyi sonuç vermektedir. Horwitz Eşitliğinde hem derişim değeri hem de standart sapma değeri boyutsuz olarak verilmektedir (örneğin: 1 ppm= 10⁻⁶). Gıda ve diğer sektörlerde düzenlenen yeterlilik testi çalışmalarda derişim ve standart sapma arasındaki bu ilişki sık sık kullanılmaktadır.

Mikotoksinler ile ilgili olarak yapılan son laboratuvarlar arası karşılaştırmalarda düşük derişimlerde Horwitz eşitliğinin modifiye edilmesi gerektiği belirlenmiştir. Yapılan çalışmalarda derişime bağılı olarak standart sapma değeriinin değışimleri aşağıdaki eşitliklerde verilmiştir.

$C < 1,2 \times 10^{-7}$ ise	$s = 0,22C$	(1)
$1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ ise	$s = 0,02C^{0,8495}$	(2)
$C > 0,138$ ise	$s = 0,01C^{0,5}$	(3)

Bu eşitliklerde,

$$C = \text{derişim (referans değeri)} (\text{ppm} = 10^{-6} \text{ veya } \% = 10^{-2})$$
$$s = \text{standart sapma}$$

Bu eşitliklerin yapılan çalışmaların amacına göre uygun görüldüğü yerlerde kullanılabileceği belirtilmektedir. Bu çalışmada, $C < 1,2 \times 10^{-7}$ olduğundan standart sapma değeriinin belirlenmesinde eşitlik (1) kullanılmıştır.

Bu çalışmaya katılan bir laboratuvar kuru incir için sonuç bildirmemiştir. Bu çalışmaya katılan bir laboratuvar da test örnekleri aldıktan sonra çalışmaya katılmayacağını bildirmiş olup test örneklerini geri göndermiştir.

Katılımcı laboratuvarların z-skoru değerleri eşitlik (4) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$z = \frac{x - X}{\sigma} \quad (4)$$

Burada,

X : referans değer

x : katılımcı laboratuvar sonucu

σ : Yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma

$|z| \leq 2,0$ ise analiz uygundur.

$2,0 < |z| < 3,0$ ise kabul edilebilir, ancak problemin irdelenmesi gerekir.

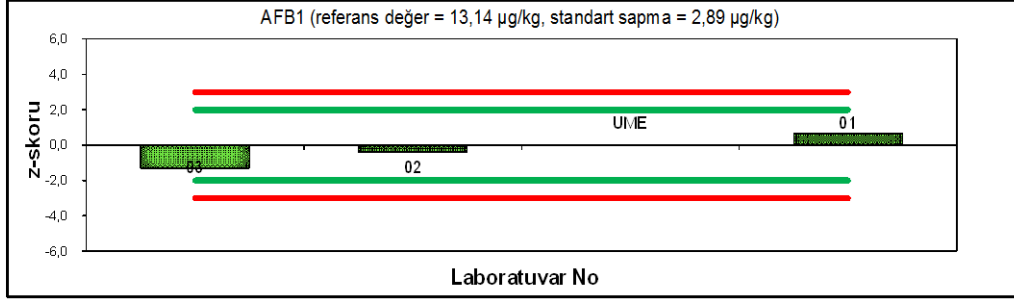
$|z| \geq 3,0$ ise analiz kabul edilemez, düzeltici faaliyet uygulanmalıdır.

Laboratuvar sonuçları Tablo 2’de, z-skorlarının grafiksel değişimleri ise Şekil 1-5’de verilmiştir.

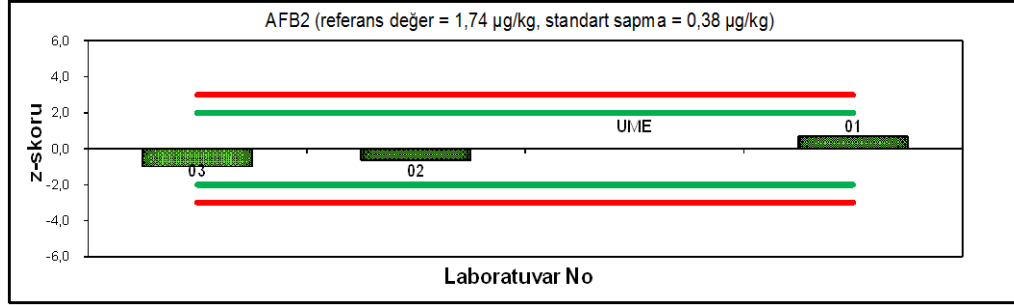
Tablo 3’te z-skoru dağılımları, Tablo 4’te ise sonuçların dağılımları verilmiştir.

Tablo 2. Kuru incirde aflatoksin tayini sonuçları ve z-skorları

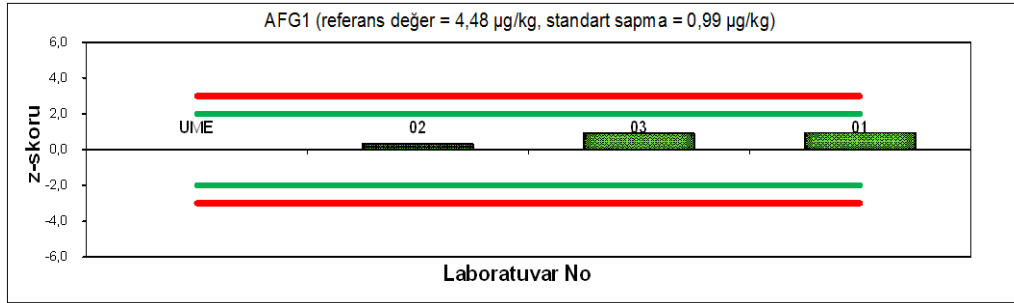
Lab. No	AFB ₁				AFB ₂				AFG ₁				AFG ₂				Toplam AF			
	Referans değer = 13,14 µg/kg				Referans değer = 1,74 µg/kg				Referans değer = 4,48 µg/kg				Referans değer = 0,40 µg/kg				Referans değer = 20,23 µg/kg			
	Standart sapma = 2,89 µg/kg				Standart sapma = 0,38 µg/kg				Standart sapma = 0,99 µg/kg				Standart sapma = 0,09 µg/kg				Standart sapma = 4,45 µg/kg			
	Sonuç	s	Belirsizlik	z	Sonuç	s	Belirsizlik	z	Sonuç	s	Belirsizlik	z	Sonuç	s	Belirsizlik	z	Sonuç	s	Belirsizlik	z
01	15,04	-	0,13	0,7	2,00	-	0,13	0,7	5,42	-	0,18	0,9	1,27	-	0,30	9,7	23,73	-	-	0,8
02	12,09	-	86	-0,4	1,49	-	115	-0,7	4,81	-	86	0,3	0,37	-	96	-0,3	18,76	-	-	-0,3
03	9,39	0,22	-	-1,3	1,36	0,064	-	-1,0	5,40	0,091	-	0,9	0,73	0,049	-	3,7	16,88	0,55	-	-0,8
UME	13,14	0,92		0,0	1,74	0,09		0,0	4,48	0,41		0,0	0,4	0,03		0,0	20,23			0,0



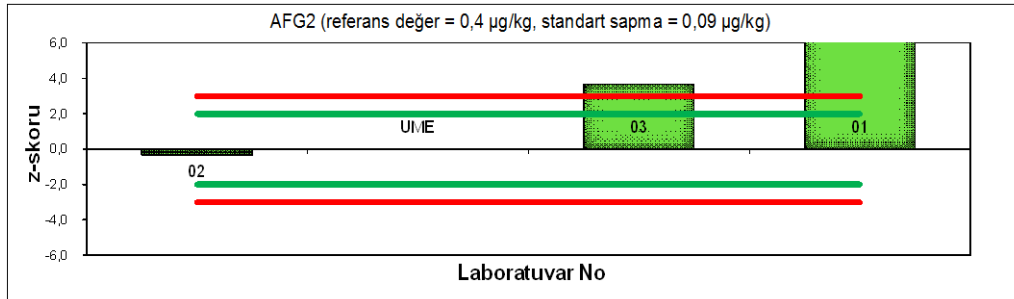
Şekil 1. Kuru incirde AFB₁ tayini z-skorum



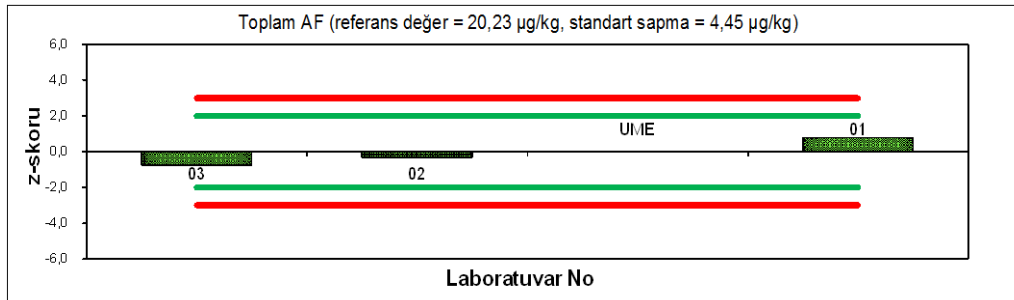
Şekil 2. Kuru incirde AFB₂ tayini z-skorum



Şekil 3. Kuru incirde AFG₁ tayini z-skorum



Şekil 4. Kuru incirde AFG₂ tayini z-skorum



Şekil 5. Kuru incirde toplam AF tayini z-skorum

Tablo 3. Kuru incirde z-skoru dağılımları

z-skoru	$ z \leq 2,0$		$2,0 < z < 3,0$		$ z \geq 3,0$		Laboratuvar Sayısı
	Adet	%	Adet	%	Adet	%	
AFB ₁	4	100					4
AFB ₂	4	100					4
AFG ₁	4	100					4
AFG ₂	2	50			2	50	4
Toplam AF	4	100					4

Tablo 4. Kuru incir sonuçların dağılımı

	AFB ₁	AFB ₂	AFG ₁	AFG ₂	Toplam AF
Laboratuvar sayısı (n)	4	4	4	4	4
Ortanca (µg/kg)	12,62	1,615	5,105	0,565	19,495
Ortalama değer (µg/kg)	12,42	1,65	5,03	0,69	19,90
Referans değer (µg/kg)	13,14	1,74	4,48	0,4	20,23
Standart sapma (µg/kg)	2,89	0,38	0,99	0,09	4,45
Maksimum değer (µg/kg)	15,04	2,00	5,42	1,27	23,73
Minimum değer (µg/kg)	9,39	1,36	4,48	0,37	16,88
Dağılım aralığı (Maks-Min) (µg/kg)	5,65	0,64	0,94	0,90	6,85

7. KAYNAKLAR

1. ISO/IEC 17043: 2010, Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing
2. ISO 13528: 2005, Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons
3. ISO/IEC 17025: 2005, General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
4. Farrant, T., Practical Statistics for the Analytical Scientist, RSC, 1997
5. Lawn, R.E., Thompson, M. and Walker F, R., Proficiency Testing in Analytical Chemistry, RSC, 1997
6. Thompson, M., Ellison, S.R. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, Pure & Appl. Chem., Vol. 78, No. 1, p. 145-196, 2006
7. 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, 385-386, 2000
8. Boyer, K.W., Horwitz, W. and Albert, R., Analytical Chemistry, 57, 454-459, 1985
9. Gıda Maddelerinde Aflatoksin Tayini Yeterlik Testi Çalışması Protokolü, Ekim 2014

8. EK-1 KURU İNCİR HOMOJENLİK VE KARARLILIK TESTİ SONUÇLARI

8.1. Homojenlik Testi

Her katılımcının karşılaştırılabilir yeterlilik testi numunesi almasını sağlamak için homojenlik testi yapılır. Homojenlik testi çalışması, yeterlilik testi için hazırlanan örneklerden rastgele 10 adet numune şişesi seçilerek ve her bir şişeden iki paralel çalışma yapılarak gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada, toz kuru incir numunesinde aflatoksin derişimleri HPLC-FLD cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar t-testi ve F-testi kullanılarak istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. Aşağıdaki tablolardan da görüleceği üzere elde edilen t ve F değerleri t-kritik t ve F-kritik değerlerinden küçük olduğundan şişeler arasında korelasyonu etkileyebilecek aykırı değer bulunmamaktadır. Başka bir deyişle şişeler arasında anlamlı bir farkın olmadığı tespit edilmiştir. Homojenlik testi çalışması sonuçları Tablo 5 -Tablo 7'de yer almaktadır.

Tablo 5. Kuru incir homojenlik çalışması sonuçları

Şişe No	AFB ₁		AFB ₂		AFG ₁		AFG ₂		Toplam AF	
	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2
33	11,23	12,56	1,58	1,68	3,84	4,14	0,36	0,38	17,01	18,76
12	15,12	11,89	1,86	1,60	5,39	4,12	0,43	0,38	22,79	18,01
53	12,55	13,60	1,68	1,80	4,48	4,98	0,42	0,44	19,13	20,81
72	12,72	12,02	1,72	1,60	4,50	3,91	0,42	0,34	19,35	17,86
20	13,29	13,60	1,78	1,78	4,52	4,82	0,40	0,42	19,99	20,61
79	12,83	13,43	1,71	1,72	4,27	4,70	0,38	0,38	19,19	20,23
61	12,46	12,53	1,60	1,68	4,14	4,12	0,38	0,38	18,58	18,70
3	13,68	16,49	1,80	2,00	4,73	6,04	0,40	0,48	20,62	25,00
89	14,95	12,21	1,92	1,63	5,51	4,08	0,44	0,36	22,82	18,27
43	13,20	13,20	1,74	1,72	4,39	4,24	0,38	0,34	19,72	19,52

Tablo 6. Kuru incir homojenlik çalışması sonuçlarının t-testi ile değerlendirilmesi

	t-istatistik	t-kritik
Aflatoxin B₁	1,37	2,30
Aflatoxin B₂	1,34	
Aflatoxin G₁	1,24	
Aflatoxin G₂	1,31	
Toplam AF	1,36	

Tablo 7. Kuru incir homojenlik çalışması sonuçlarının F-testi ile değerlendirilmesi

	F- istatistik	F-kritik
Aflatoxin B₁	1,01	3,02
Aflatoxin B₂	1,06	
Aflatoxin G₁	1,06	
Aflatoxin G₂	1,11	
Toplam AF	1,03	

8.2. Kararlılık

Yeterlilik testi numunesinin laboratuvarların sonuç gönderme süresince kararlılığını belirlemek için kararlılık testi yapılır. Test, örnek hazırlandıktan sonra yeterlilik testi için verilen süreyi kapsar. Bu amaçla, toplam hazırlanan örneklerden her bir kararlılık testi sıcaklığı ve test süresi için rastgele seçilen iki şişeden iki paralel çalışma yapılarak kararlılık testi yapılmıştır. Çalışmada referans sıcaklık olarak -86 °C olarak alınmıştır. Bu çalışmada, toz kuru incir numunesinde aflatoksin derişimleri HPLC-FLD cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar t-testi ve F-testi kullanılarak istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. Tablo 14'den de görüleceği üzere elde edilen t değerleri t-kritik değerlerinden küçük olduğundan sonuçlar arasında korelasyonu etkileyebilecek aykırı değer bulunmamaktadır. Tablo 15'den de görüleceği üzere AFG₂ hariç diğer Aflatoksin sonuçlarının değerlendirilmesi sonucu elde edilen F değerleri F-kritik değerlerinden küçük olduğundan örneklerin test süresince kararlı olduğu tespit edilmiştir. Tüm aflatoksinler için her bir test sıcaklığında elde edilen sonuçlara ait belirsizlik değerleri hesaplanmıştır. Tüm aflatoksin sonuçlarında olduğu gibi AFG₂ için de hesaplanan belirsizlik değeri yeterlilik testinde kullanılan bağıl standart sapma ile karşılaştırıldığında aralığın kararsızlık sonucu elde edilen ölçüm sonuçlarını da kapsadığı görülmektedir. Başka bir deyişle tespit edilen kararsızlık seviyesinin yeterlilik testinde kullanılan standart sapma değeri ile kıyaslandığında oldukça küçük olduğu görülmektedir. Bu durumda tüm örneklerin yeterlilik testi süresince kararlı olduğu tespit edilmiştir.

Kararlılık testi çalışması sonuçları ve değerlendirilmesi Tablo 8-Tablo 12'da yer almaktadır.

Tablo 8. Kuru incir - 20°C sıcaklıktaki kararlılık çalışması sonuçları

Sıcaklık	- 20 °C		AFB ₁		AFB ₂		AFG ₁		AFG ₂		Toplam AF	
	Süre (hafta)	Şişe No	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2
-86	0	9	13,23	13,42	1,76	1,75	4,46	4,38	0,45	0,42	19,80	20,24
-86		77	12,04	13,30	1,67	1,80	4,41	4,67	0,40	0,40	17,99	19,88
-20	1	2	13,14	13,20	1,74	1,79	4,50	4,88	0,40	0,45	19,79	19,78
-20		15	13,23	14,45	1,75	1,95	4,77	4,31	0,41	0,40	19,87	21,73
-20	2	26	14,16	12,85	1,85	1,76	4,18	4,61	0,38	0,42	21,18	19,31
-20		39	12,57	13,39	1,72	1,77	4,69	4,65	0,42	0,42	18,84	20,18
-20	3	49	13,69	13,83	1,86	1,83	4,06	3,86	0,45	0,46	20,66	20,72
-20		66	11,62	11,37	1,62	1,54	3,93	4,40	0,35	0,38	17,75	17,23
-20	4	78	13,49	12,35	1,74	1,63	4,38	4,07	0,38	0,36	19,99	18,41
-20		87	15,10	13,17	1,86	1,74	5,33	4,48	0,39	0,40	22,68	19,77

Tablo 9. Kuru incir 4 °C sıcaklıktaki kararlılık çalışması sonuçları

Sıcaklık	4 °C		AFB ₁		AFB ₂		AFG ₁		AFG ₂		Toplam AF	
	Süre (hafta)	Şişe No	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2	Tekrar 1	Tekrar 2
-86	0	9	13,23	13,42	1,76	1,75	4,41	4,67	0,40	0,40	21,22	21,69
-86		77	12,04	13,30	1,67	1,80	3,93	4,40	0,35	0,38	19,25	21,27
4	1	6	12,50	13,00	1,66	1,71	4,40	4,59	0,40	0,41	20,36	21,16
4		13	13,06	13,84	1,75	1,81	4,49	5,05	0,43	0,45	21,18	22,71
4	2	28	12,89	12,33	1,70	1,67	4,53	4,11	0,40	0,36	20,94	19,81
4		41	12,54	12,59	1,71	1,67	4,06	4,19	0,38	0,34	20,00	20,09
4	3	50	12,34	13,49	1,66	1,76	4,31	4,75	0,39	0,40	20,03	21,86
4		62	13,81	13,04	1,87	1,77	4,55	4,41	0,40	0,39	22,12	21,02
4	4	76	13,30	12,72	1,70	1,67	4,56	4,34	0,37	0,37	21,33	20,44
4		90	13,63	14,30	1,75	1,81	4,57	4,73	0,39	0,39	21,80	22,75

Tablo 10. Kuru incir - 20 °C ve 4 °C sıcaklıktaki kararlılık çalışması sonuçlarının t-testi ile değerlendirilmesi

	t-istatistik		t-kritik
	- 20°C	4°C	
Aflatoxin B ₁	0,13	1,14	2,30
Aflatoxin B ₂	0,66	0,08	
Aflatoxin G ₁	0,33	0,64	
Aflatoxin G ₂	0,15	0,80	
Toplam AF	0,12	0,92	

Tablo 11. Kuru incir - 20 °C ve 4 °C sıcaklıktaki kararlılık çalışması sonuçlarının F-testi ile değerlendirilmesi

	F-istatistik		F-kritik
	- 20°C	4°C	
Aflatoxin B ₁	0,65	1,31	2,30
Aflatoxin B ₂	0,53	0,87	
Aflatoxin G ₁	0,38	1,88	
Aflatoxin G ₂	6,18	4,35	
Toplam AF	0,53	1,35	

Tablo 12. Kuru incir - 20 °C ve 4 °C sıcaklıktaki kararlılık çalışması sonuçlarının değerlendirilmesinde elde edilen belirsizlik değerleri

	Belirsizlik değeri			
	- 20°C		4°C	
	U _{sts}	% U _{sts}	U _{sts}	% U _{sts}
Aflatoxin B ₁	0,15	1,11	0,12	0,90
Aflatoxin B ₂	0,02	0,95	0,01	0,56
Aflatoxin G ₁	0,06	1,29	0,05	1,03
Aflatoxin G ₂	0,01	1,21	0,01	1,19
Toplam AF	0,22	1,09	0,17	0,85