



T.C.  
GÜMÜŞHANE ÜNİVERSİTESİ  
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ



**MİKRODALGA PLAZMA-ATOMİK EMİSYON SPEKTROMETRİ (MP-AES)  
İLE GIDALARDA MİNERAL ELEMENT VE AĞIR METAL ANALİZLERİ  
İÇİN METOT VALİDASYONU VE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ  
HESAPLAMALARI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Özgür Şevki ÖZKAN**

**AĞUSTOS 2021  
GÜMÜŞHANE**

**T.C.  
GÜMÜŞHANE ÜNİVERSİTESİ  
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**GIDA MÜHENDİSİ ANABİLİM DALI**

**MİKRODALGA PLAZMA-ATOMİK EMİSYON SPEKTROMETRİ (MP-AES)  
İLE GIDALARDA MİNERAL ELEMENT VE AĞIR METAL ANALİZLERİ  
İÇİN METOT VALİDASYONU VE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ  
HESAPLAMALARI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Özgür Şevki ÖZKAN**

**Gümüşhane Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü  
“Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı”  
Yüksek Lisans Programında Kabul Edilen Tezdir.**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih: 12.07.2021**

**Tezin Sözlü Savunma Tarihi: 23.08.2021**

**AĞUSTOS 2021**

## TEZ BEYANNAMESİ

Gümüşhane Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda tezin yazımına ait kurallara uygun olarak hazırladığım **“Mikrodalga Plazma–Atomik Emisyon Spektrometri (MP–AES) ile Gıdalarda Mineral Element ve Ağır Metal Analizleri için Metot Validasyonu ve Ölçüm Belirsizliği Hesaplamaları”** isimli yüksek lisans tezi çalışmasında; söz konusu tüm bilgi ve belgeleri genel akademik kurallara göre elde ettiğimi, görsel ve yazılı bütün bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak hazırlayıp sunduğumu, başka kaynaklardan yararlandığım bilgileri metin ve kaynaklarda eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma süresince bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksi durumda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 23/08/2021

Özgür Şevki ÖZKAN

**ÖZET**  
**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**MİKRODALGA PLAZMA-ATOMİK EMİSYON SPEKTROMETRİ (MP-AES)  
İLE GIDALARDA MİNERAL ELEMENT VE AĞIR METAL ANALİZLERİ  
İÇİN METOT VALİDASYONU VE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ  
HESAPLAMALARI**

Özgür Şevki ÖZKAN

Gümüşhane Üniversitesi  
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü  
Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ali GÜNDOĞDU

2021, 145 sayfa

Metot validasyonu, bir metodun veya ölçüm prosedürünün belirlenen amaçlara uygunluğunun objektif olarak test edilerek yazılı delillerle kanıtlanmasıdır. Ölçüm belirsizliği ise analiz sonucu ile beraber raporlanan ölçüm sonucuna atfedilebilecek olasılıkların dağılımını gösteren bir parametredir. Bu amaçla, Gümüşhane Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü laboratuvarında bulunan Mikrodalga Plazma-Atomik Emisyon Spektrometre (MP-AES) cihazının metot validasyonu ve ölçüm belirsizliği hesaplamaları, tüm gıdaları temsilen seçilen 4 farklı gıda matriksinde (lahana, un, balık ve meyve suyu) mevcut 14 metalin (Na, K, Ca, Mg, Fe, Al, Cu, Zn, Ni, Co, Cr, Mn, Cd ve Pb) analizleri gerçekleştirilmiştir. Validasyon parametreleri

olarak; tespit limiti (LOD), tayin limiti (LOQ), tekrarlanabilirlik, tekrarüretilebilirlik, doğruluk ve geri alma testleri uygulanmıştır.

Yapılan çalışmalarda, çalışılan metaller için LOD değerleri 0.8 ila 12.6 µg/L, LOQ değerleri ise 2.6 ila 41.9 µg/L aralığında değişen değerler elde edilmiştir. Lahana, un, balık ve meyve suyu matrikslerine 0.050, 0.50 ve 2.0 mg/L olmak üzere 3 farklı seviyede eklemelerle çalışılan 14 metal için uygulanan geri alma çalışmaları sonucunda geri alma oranlarının %98.49 ile %104.19 aralığında değiştiği belirlenmiştir. Tekrarlanabilirlik çalışmaları sonucunda elde edilen birleştirilmiş standart sapmalar %RSD<sub>r</sub>(pool) ve %HRSD<sub>r</sub> lahana matriksi için sırasıyla %0.54–1.80 ve %2.20–3.62 aralığında; un matriksi için sırasıyla %0.35–1.89 ve %2.32–3.36 aralığında; balık matriksi için sırasıyla %0.22–1.79 ve %2.12–3.58 aralığında; meyve suyu matriksi için sırasıyla %0.49–1.76 ve %2.28–2.94 aralığında değişen değerler elde edilmiştir. Tekrarüretilebilirlik çalışmaları sonucunda elde edilen birleştirilmiş standart sapmalar %RSD<sub>R</sub>(pool) ve %HRSD<sub>R</sub> lahana matriksi için sırasıyla %1.05–8.31 ve %3.33–4.95 aralığında; un matriksi için sırasıyla %1.15–4.65 ve %3.47–4.91 aralığında; balık matriksi için sırasıyla %0.52–7.32 ve %3.23–5.19 aralığında değişen değerler; meyve suyu matriksi için sırasıyla %0.57–9.50 ve %3.43–5.23 aralığında değişen değerler edilmiştir. Elde edilen bu sonuçlar çerçevesinde %RSD<sub>r</sub>(pool) ve %RSD<sub>R</sub>(pool) değerleri %HRSD<sub>r</sub> ve %HRSD<sub>R</sub> değerlerinden daha küçük olduğu için yapılan çalışmadan elde edilen sonuçların uygunluğu tespit edilmiş oldu. Lahana, un, balık ve meyve suyu matrikslerinde çalışılan metaller için yapılan validasyon çalışmalarında ölçüm belirsizliği (k=2, %95 güven aralığında genişletilmiş belirsizlik) lahana matriksi için ±0.9-1261 mg/kg aralığında; un matriksi için ±19-988 mg/kg aralığında; balık matriksi için ±26-1756 mg/kg aralığında ve meyve suyu matriksi için ±0.002-0.105 mg/L aralığında değişen değerler elde edilmiştir.

Sonuç olarak; bu çalışmada MP-AES cihazında seçilen gıda matriksleri kullanılarak çalışılan metaller için metot validasyonu çalışmaları ve ölçüm belirsizliği hesaplamaları yapılmış olup kullanılan metot geçerli kılınmış ve cihazdan elde edilen verilerin doğru ve güvenilir bir şekilde yorumlanması sağlanmış oldu.

**Anahtar Kelimeler:** Metal, MP-AES, Ölçüm belirsizliği, Tekrarlanabilirlik, Tekrarüretilebilirlik, Validasyon

**ABSTRACT**  
**MS THESIS**

**METHOD VALIDATION AND MEASUREMENT UNCERTAINTY  
CALCULATIONS FOR ANALYSIS OF MINERAL ELEMENT AND HEAVY  
METALS IN FOODS BY MICROWAVE PLASMA–ATOMIC EMISSION  
SPECTROMETRY (MP–AES)**

Özgür Şevki ÖZKAN

Gümüşhane University  
The Graduate Education Institute  
Department of food Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Ali GÜNDOĞDU

2021, 145 pages

Method validation is the objective testing of the suitability of a method or measurement procedure for specified purposes and proving with written evidence. The measurement uncertainty is a parameter that shows the distribution of probabilities that can be attributed to the measurement result reported together with the analysis result. For this purpose, method validation and measurement uncertainty calculations of the Microwave Plasma-Atomic Emission Spectrometer (MP–AES) device in the Laboratory of the Department of Food Engineering, Faculty of Engineering and Natural Sciences of Gümüşhane University, were performed on four different food matrices (cabbage, flour, fish, and juice) selected to represent all foods. The analyzes of 14 metals (Na, K, Ca, Mg, Fe, Al,

Cu, Zn, Ni, Co, Cr, Mn, Cd and Pb) were carried out. As validation parameters; LOD, LOQ, repeatability, reproducibility, accuracy and spiked/recovery tests were performed.

In the studies, the LOD values for the studied metals ranged from 0.8 to 12.6  $\mu\text{g/L}$ , and the LOQ values ranging from 2.6 to 41.9  $\mu\text{g/L}$ . As a result of the recovery studies applied for 14 metals with additions of 0.050, 0.50 and 2.0 mg/L to the cabbage, flour, fish and fruit juice matrices, it was determined that the recovery rates ranged from 98.49% to 104.19%. The pooled standard deviations of %RSDr(pool) and %HRSDr obtained as a result of reproducibility studies were in the range of 0.54–1.80% and 2.20–3.62% for cabbage matrix, respectively; in the range of 0.35–1.89% and 2.32–3.36% for flour matrix, respectively; for fish matrix 0.22–1.79% and 2.12–3.58%, respectively; Values ranging from 0.49–1.76% and 2.28–2.94%, respectively, were obtained for the juice matrix. The pooled standard deviations of %RSDR(pool) and %HRSDR obtained as a result of reproducibility studies were in the range of 1.05-8.31% and 3.33-4.95% for cabbage matrix, respectively; between 1.15%-4.65% and 3.47-4.91% for flour matrix, respectively; values ranging from 0.52-7.32% and 3.23-5.19% for fish matrix, respectively; For the juice matrix, values ranging from 0.57-9.50% and 3.43-5.23% were obtained, respectively. As the %RSDr(pool) and %RSDR(pool) values are smaller than %HRSDr and %HRSDR values within the framework of these results, the suitability of the results obtained from the study has been determined. In validation studies for metals studied in cabbage, flour, fish and juice matrices, the measurement uncertainty ( $k=2$ , expanded uncertainty at 95% confidence interval) was within the range of 0.9–1261 mg/kg for the cabbage matrix; in the range of  $\pm 19$ –988 mg/kg for flour matrix; Values ranging from  $\pm 26$ –1756 mg/kg for fish matrix and  $\pm 0.002$ –0.105 mg/L for fruit juice matrix were obtained.

As a result, in this study, method validation studies and measurement uncertainty calculations were made for the metals studied using selected food matrices in the MP–AES device, and the method used was validated and the data obtained from the device were interpreted correctly and reliably.

**Keywords:** Metal, MP–AES, Measurement uncertainty, Repeatability, Reproducibility, Validation,

## TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak hazırlanmıştır.

Çalışmalarım sırasında her zaman katkılarda bulunan, bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım çok değerli hocalarım Sayın Prof. Dr. Ali GÜNDOĞDU ve Sayın Doc. Dr. Cemalettin BALTACI'ya çok teşekkür ederim.

Tüm eğitim-öğretim yaşamım süresince büyük bir sabırla bana destek olan, gücünü ve imkânlarını her an seferber eden annem Nermin ÖZKAN'a, babam Mehmet ÖZKAN'a ve dayım Prof. Dr. Nedim İPEK'e teşekkürü bir borç bilirim.

Özgür Şevki ÖZKAN  
Gümüşhane, 2021

## İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖZET .....	IV
ABSTRACT .....	VI
TEŞEKKÜR .....	VIII
İÇİNDEKİLER.....	IX
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	XII
TABLolar DİZİNİ.....	XIV
EKLER DİZİNİ .....	XVII
SEMBOLLER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	XVIII
1. GENEL BİLGİLER .....	1
1.1. Giriş .....	1
1.1.1. Mineral Element ve Ağır Metaller .....	3
1.1.1.1. Kalsiyum (Ca).....	4
1.1.1.2. Magnezyum (Mg).....	5
1.1.1.3. Demir (Fe) .....	6
1.1.1.4. Bakır (Cu).....	7
1.1.1.5. Çinko (Zn) .....	8
1.1.1.6. Mangan (Mn) .....	9
1.1.1.7. Krom (Cr).....	10
1.1.1.8. Kobalt (Co).....	10
1.1.1.9. Nikel (Ni).....	10
1.1.1.10. Sodyum (Na).....	11
1.1.1.11. Potasyum (K) .....	12
1.1.1.12. Alüminyum (Al) .....	13
1.1.1.13. Kurşun (Pb).....	13
1.1.1.14. Kadmiyum (Cd).....	14
1.1.2. Mineral Element ve Ağır Metal Analiz Yöntemleri .....	14

1.1.2.1.	İndüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometri (ICP–MS) .....	15
1.1.2.2.	Atomik Absorpsiyon Spektrometri (AAS).....	16
1.1.2.3.	İndüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometri (ICP–OES) .....	17
1.1.2.4.	Mikrodalga Plazma – Atomik Emisyon Spektrometri (MP–AES).....	18
1.1.3.	Metot Validasyonu .....	27
1.1.3.1.	Seçicilik (Selectivity)/Matriks Etkisi.....	31
1.1.3.2.	Spesifiklik (Specificity).....	31
1.1.3.3.	Tespit Limiti (LOD, Limit of Detection).....	31
1.1.3.4.	Tayin (Teşhis) Limiti (LOQ, Limit of Quantification) .....	32
1.1.3.5.	Ölçüm Aralığı / Doğrusallık (Linearity) .....	32
1.1.3.6.	Kesinlik .....	34
1.1.3.7.	Gerçeklik (Sistemik Hata ve Ekleme-Geri Kazanma ).....	37
1.1.3.8.	Sağlamlık .....	40
1.1.4.	Ölçüm Belirsizliği.....	40
1.1.4.1.	Temel Tanımlar .....	41
1.1.4.2.	Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Süreci .....	44
1.1.4.3.	Belirsizlik Kaynaklarının Belirlenmesi.....	46
1.1.4.4.	Belirsizlik Kaynaklarından Gelen Belirsizliklerin Hesaplanması .....	47
1.1.4.5.	Birleştirilmiş Standart Belirsizlik.....	47
1.1.4.6.	Genişletilmiş Belirsizlik.....	51
1.1.4.7.	Belirsizliğin Raporlanması .....	51
1.2.	Önceki Çalışmalar.....	52
1.3.	Çalışmanın Amacı.....	59
1.4.	Çalışmanın Kapsamı .....	59
2.	YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	61
2.1.	Gıda Örnekleri Seçimi (Örnekleme).....	61
2.2.	Kullanılan Cihazlar ve Kimyasallar.....	61
2.2.1.	Standart Çözeltiler ve Hazırlanması .....	61
2.2.2.	MP–AES Cihazı ve Çalışma Koşulları .....	62
2.2.3.	Gıda Numunelerinin Analize Hazırlanması .....	63

2.2.4.	Mikrodalga Çözünürleştirme Ünitesi ve Çözünürleştirme İşlemi .....	64
2.3.	Validasyon Parametreleri ve Aşamalarının Belirlenmesi .....	65
2.3.1.	MP-AES ile Mineral Element ve Ağır Metal Analizleri için Metot Validasyonu Parametreleri .....	65
2.3.2.	Kalibrasyon ve Doğrusallık (Lineerlik) .....	66
2.3.3.	LOD (Tespit limiti) ve LOQ (Tayin limiti) .....	66
2.3.4.	Doğruluk .....	67
2.3.4.1.	Kesinlik .....	67
2.3.4.2.	Gerçeklik .....	68
2.3.5.	Belirsizlik Hesaplamaları .....	69
2.3.6.	Belirsizliğin Raporlanması .....	69
3.	BULGULAR VE TARTIŞMA .....	70
3.1.	Analiz Sonuçları .....	70
3.1.1.	Kalibrasyon .....	70
3.1.2.	Korelasyon Katsayısı, Bağıl Standart Sapma, Doğrusal Aralık, Çalışma Aralığı, Gözlenebilirlik Sınırı (LOD) ve Tayin Sınırı (LOQ) Analiz Sonuçları ..	92
3.1.3.	Tekrarlanabilirlik Çalışması Analiz Sonuçları .....	95
3.1.4.	Tekrarüretilebilirlik Çalışması Analiz Sonuçları .....	108
3.1.5.	Ekleme – Geri Kazanma Çalışması Sonuçları .....	122
3.1.6.	Doğruluk Çalışması Sonuçları .....	128
3.1.7.	Toplam Belirsizlik Analizi Sonuçları .....	132
4.	SONUÇ ve ÖNERİLER .....	137
5.	KAYNAKLAR .....	140
6.	EKLER .....	146
	ÖZGEÇMİŞ	

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa No

Şekil 1.1. Bir ICP–MS sisteminin şematik gösterimi.....	16
Şekil 1.2. İndüktif eşleşmiş plazma emisyon spektrometre (ICP–OES) cihazının temel bileşenlerinin şematik gösterimi.....	19
Şekil 1.3. ICP-OES sistemindeki plazma hamlacı (torch).....	19
Şekil 1.4. Atomlaşma ve uyarılmanın şematik gösterimi.....	20
Şekil 1.5. Standart bir magnetronun bileşenleri.....	22
Şekil 1.6. Ateşleme sistemine sahip mikrodalga plazma reaktörü.....	24
Şekil 1.7. Agilent 4200 MP-AES cihazının şematik gösterimi ve temel özellikleri.....	24
Şekil 1.8. MP-AES’de plazmanın oluşturulduğu torch’un genel yapısı.....	25
Şekil 1.9. Plazmaya yakıt desteği için basınçlı havadan azotu ayırıp sisteme gönderen bir azot jeneratörü.....	25
Şekil 1.10. Çok modlu örnek giriş sistemi (MSIS) ve sprej odası.....	27
Şekil 1.11. Normal dağılım gafiği.....	42
Şekil 1.12. Dikdörtgen dağılım gafiği.....	43
Şekil 1.13. Üçgen dağılım gafiği.....	43
Şekil 1.14. Balık kılçığı grafiği: Belirsizlik kaynaklarının neden sonuç diyagramı.....	46
Şekil 3.1. Tablo 3.1 verileri kullanılarak Ca ve Mg elementleri için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri.....	73
Şekil 3.2. Tablo 3.1 verileri kullanılarak Na ve K elementleri için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri.....	74
Şekil 3.3. Tablo 3.7 verileri kullanılarak Fe ve Zn elementleri için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri.....	80
Şekil 3.4. Tablo 3.7 verileri kullanılarak Cu ve Al elementleri için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri.....	81
Şekil 3.5. Tablo 3.7 verileri kullanılarak Mn elementi için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri.....	82
Şekil 3.6. Tablo 3.14 verileri kullanılarak Cd ve Co elementleri için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri.....	87
Şekil 3.7. Tablo 3.14 verileri kullanılarak Ni ve Pb elementleri için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri.....	88

Şekil 3.8. Tablo 3.14 verileri kullanılarak Cr elementi için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri .....	89
Şekil 3.9. Ekleme-geri kazanma testleri için uygulama prosedürü .....	123



## TABLolar DİZİNİ

### Sayfa No

Tablo 1.1. Farklı yaş gruplarının alması gereken günlük kalsiyum miktarları .....	5
Tablo 1.2. Farklı yaş gruplarının alması gereken günlük Magnezyum miktarları .....	6
Tablo 1.3. Farklı yaş gruplarının alması gereken günlük Demir miktarları .....	7
Tablo 1.4. Frekans Aralıklarına Göre Plazma Tipleri .....	21
Tablo 2.1. MP–AES cihazının çalışma şartları.....	63
Tablo 2.2. Gıda matrikslerinin çözünürleştirilmesinde uygulanan mikrodalga çözünürleştirme programı.....	65
Tablo 2.3. Yapılan tekrarlanabilirlik ve ekleme geri kazanım çalışmalarında ölçülen metaller için gıda matrikslerinin seyreltilme oranları.....	68
Tablo 2.4. Bias parametresi çalışmalarında ölçülen metaller için gıda matrikslerinin seyreltilme oranları .....	69
Tablo 3.1. Ca, Mg, Na ve K elementleri için sinyal (emisyon şiddeti) ve derişime (mg/L) karşı çizilen kalibrasyon grafiđi verileri .....	71
Tablo 3.2. Ca, Mg, Na ve K elementleri için çizilen kalibrasyon grafiđi verilerine ait standart sapma (SD) ve bađıl standart sapma (RSD) deđerleri .....	72
Tablo 3.3. Üç farklı kalibrasyonda Ca için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	75
Tablo 3.4. Üç farklı kalibrasyonda Mg için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	76
Tablo 3.5. Üç farklı kalibrasyonda Na için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	76
Tablo 3.6. Üç farklı kalibrasyonda K için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	77
Tablo 3.7. Fe, Zn, Cu, Al ve Mn elementleri için sinyal.....	78
Tablo 3.8. Fe, Zn, Cu, Al ve Mn elementleri için çizilen kalibrasyon grafiđi verilerine ait standart sapma (SD) ve bađıl standart sapma (RSD) deđerleri .....	79
Tablo 3.9. Üç farklı kalibrasyonda Fe için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	83
Tablo 3.10. Üç farklı kalibrasyonda Zn için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	83
Tablo 3.11. Üç farklı kalibrasyonda Cu için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	84
Tablo 3.12. Üç farklı kalibrasyonda Al için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	84
Tablo 3.13. Üç farklı kalibrasyonda Mn için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	85
Tablo 3.14. Cd, Co, Ni, Pb ve Cr elementleri için sinyal (emisyon şiddeti) ve konsantrasyona (mg/L) karşı çizilen kalibrasyon grafiđi verileri.....	85
Tablo 3.15. Ca, Mg, Na ve K elementleri için çizilen kalibrasyon grafiđi verilerine ait standart sapma (SD) ve bađıl standart sapma (RSD) deđerleri .....	86

Tablo 3.16. Üç farklı kalibrasyonda Cd için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	90
Tablo 3.17. Üç farklı kalibrasyonda Co için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	90
Tablo 3.18. Üç farklı kalibrasyonda Ni için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	91
Tablo 3.19. Üç farklı kalibrasyonda Pb için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	91
Tablo 3.20. Üç farklı kalibrasyonda Cr için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları.....	92
Tablo 3.21. MP-AES ile metal ölçümlerinde yöntemin analitik performans göstergeleri .....	95
Tablo 3.22 Dört farklı gıda matriksinde MP-AES ile belirlenen 14 metalin derişim değerleri (N: 12) .....	99
Tablo 3.23. Lahana Matrisinde Ca ve Mg için tekrarlanabilirlik çalışması verileri.....	100
Tablo 3.24. Un matriksinde Na ve K için tekrarlanabilirlik çalışması verileri .....	102
Tablo 3.25. Balık matriksinde Fe ve Zn için tekrarlanabilirlik çalışması verileri.....	104
Tablo 3.26. Meyve suyu matriksinde Cu ve Al için tekrarlanabilirlik çalışması verileri.....	106
Tablo 3.27. Lahana matriksinde Ca için ekleme yapmadan tekrarüretilebilirlik çalışması verileri.....	109
Tablo 3.28. Lahana matriksinde Ca için 0.50 mg/L ekleme yapıldıktan sonra tekrarüretilebilirlik çalışması verileri .....	110
Tablo 3.29. Lahana matriksinde Ca için 2.00 mg/L ekleme yapıldıktan sonra tekrarüretilebilirlik çalışması verileri .....	111
Tablo 3.30. Un matriksinde Mg için ekleme yapmadan tekrarüretilebilirlik çalışması verileri.....	112
Tablo 3.31. Un matriksinde Mg için 0.50 mg/L ekleme yapıldıktan sonra tekrarüretilebilirlik çalışması verileri .....	113
Tablo 3.32. Un matriksinde Mg için 2.00 mg/L ekleme yapıldıktan sonra tekrarüretilebilirlik çalışması verileri .....	114
Tablo 3.33. Balık matriksinde Na için ekleme yapmadan tekrarüretilebilirlik çalışması verileri.....	116
Tablo 3.34. Balık matriksinde Na için 0.50 mg/L ekleme yapılarak tekrarüretilebilirlik çalışması verileri.....	117
Tablo 3.35. Balık matriksinde Na için 2.00 mg/L ekleme yaparak tekrarüretilebilirlik çalışması verileri.....	117
Tablo 3.36. Meyve Suyu matriksinde 0.05 mg/L tekrarüretilebilirlik çalışması verileri.....	119
Tablo 3.37. Meyve Suyu matriksinde Cd için 0.50 mg/L eklenmiş örnek için tekrarüretilebilirlik çalışması verileri .....	120
Tablo 3.38. Meyve suyu matriksinde Cd için 2.00 mg/L eklenmiş numunenin tekrarüretilebilirlik çalışması verileri .....	121

Tablo 3.39. Lahana matrisinde Ca için ekleme/geri alma çalışması verileri.....	124
Tablo 3.40. Un matrisinde Mg için ekleme/geri alma çalışması verileri .....	125
Tablo 3.41. Balık matrisinde Na için ekleme/geri alma çalışması verileri.....	127
Tablo 3.42. Meyve suyu matrisinde K için ekleme/geri alma çalışması verileri .....	128
Tablo 3.43. Yöntemin doğruluğu için yapılan standart referans madde (SRM) analizi sonuçları (N: 3, sonuçlar; C $\bar{x}$ s olarak verilmiştir.) .....	130
Tablo 3.44. İki veri setinin ortalamasının karşılaştırılması için t-testi sonuçları .....	131
Tablo 3.45. Lahana matrisinde Ca metali için genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonucu....	133
Tablo 3.46. Un matrisinde Mg metali için genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonucu.....	133
Tablo 3.47. Balık matrisinde Na metali için genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonucu.....	134
Tablo 3.48. Meyve suyu matrisinde K metali genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonucu.....	134
Tablo 3.49. Yapılan çalışmalar sonucu elde edilen sonuçların ve ölçüm belirsizliğinin raporlanması .....	135



## EKLER DİZİNİ

### Sayfa No

Ek Tablo 1. t Dağılım Tablosu .....	146
Ek Tablo 2. Lahana Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verileri.....	148
Ek Tablo 3. Un Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verileri .....	154
Ek Tablo 4. Balık matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verileri....	160
Ek Tablo 5. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verileri.....	166
Ek Tablo 6. Lahana matrisinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verileri.....	172
Ek Tablo 7. Un matrisinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verileri .....	185
Ek Tablo 8. Balık matrisinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verileri.....	198
Ek Tablo 9. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verileri.....	211
Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verileri.....	224
Ek Tablo 11. Un matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verileri.....	243
Ek Tablo 12. Balık matrisinde çalışılan metalleri için tekrarüretilebilirlik çalışması verileri.....	263
Ek Tablo 13. Meyve Suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verileri.....	282
Ek Tablo 14. Lahana matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçları .....	302
Ek Tablo 15. Un matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçları .....	305
Ek Tablo 16. Balık matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçları .....	308
Ek Tablo 17. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçları .....	311

## SEMBOLLER ve KISALTMALAR DİZİNİ

$\mu\text{L}$	: Mikrolitre
$\mu\text{g}$	: Mikrogram
$^{\circ}\text{C}$	: Santigrad Derece
$^{\circ}\text{K}$	: Kelvin Derece
%	: Yüzde
nm	: Nanometre
mg/kg	: Milyonda Bir Kısım
$\text{cm}^3$	: Santimetre küp
e	: Elektron
g	: gram
L	: Litre
mg	: Miligram
mL	: Mililitre
mm	: Milimetre
mM	: Mili molar
RE	: Rutin eşdeğeri
UV	: Ultraviyole
MP/AES	: Mikroplazma Atomik Emisyon Spektrofotometresi
HPLC	: Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi
mg/L	: Miligram / Litre
$\text{g}/\text{cm}^3$	: Gram/ santimetreküp
g/mol	: Gram/ mol
mg/dL	: Miligram / desilitre
mg/ kg	: Miligram / kilogram
W	: Watt
KW	: Kilowatt
Pa	: Pascal
GHz	: Gigahertz
MHz	: Megahertz
WHO	: Dünya Sağlık Örgütü
ATP	: Adenozin Trifosfat
ISO	: Uluslararası Standardizasyon Örgütü

## 1. GENEL BİLGİLER

### 1.1. Giriş

Canlılar tarafından vücuda alınan ve hiçbir zararı olmayan, içerisinde yaşam için elzem olan protein, yağ, karbonhidrat ve su gibi maddeler bulunan gıda bileşenlerine besin denir. Besinleri ve besin dışında insan vücuduna zarar vermeyen diğer unsurları içerisinde barındıran, vücudun besleme ve diğer ihtiyaçlarını karşılayan maddelerin tamamına gıda adı verilir (Demirci, 2006). Hava, toprak ve su arasında kurulmuş olan doğal dengenin hayati aktivitelerinin olumsuz olarak etkilenmesine, bu dengenin değişmesine, fiziksel ve kimyasal özelliklerinin olumsuz yönde etkilenmesine çevre kirliliği adı verilir (Şişli, 1999). 18 ve 19. yüzyılda meydana gelen sanayi devriminin sonucu olarak meydana gelen ve bu zamana kadar hızlı bir şekilde gerçekleşen sanayileşme ve kentleşme ile birlikte hava, toprak ve suyun kirlenmesi insan sağlığını da ciddi bir şekilde etkilediği gibi besin kaynaklarını da tehdit etmektedir. Bu tehdidin en önemli belirtilerinden biri de, çevrede yoğunluğu gittikçe artan ağır metal kirliliğidir. Ağır metaller, sahip oldukları toksik etkilerle çevrede uzun zaman bozunmadan kalmaları ve biyosferde birikmelerinden dolayı çevre kirliliğine yol açan kirleticiler arasında önemli bir yere sahiptirler (Vidoviç ve ark, 2005).

Tarım arazilerinin bulunduğu bölgelerde atmosferde yoğun ağır metal dağılımı, bu bölgelerde yer alan verimli tarım topraklarının bu metallerle kirlenmesinde önemli bir etkiye sahiptir. Toprakta meydana gelen ağır metal birikimi toprakta yetişen bitkilerin dokularında ağır metallerin depolanmasına sebep olur. Ağır metaller besin zincirinin üst seviyelerinde yer alan ve dokularında ağır metal birikmiş bu bitkilerle beslenen hayvan ve insan organizmalarına taşınmaktadır (Vidovice ve ark, 2005)

İnsan vücudu bazı elementlere eser miktarda ihtiyaç duyarken bu elementlerin yüksek miktarları toksik etkiye neden olabilir. Diğer yandan bazı elementlerin çok düşük miktarları bile toksik etki gösterebildiğinden insan sağlığı açısından ciddi sonuçlar oluşabilir (Dağ, 2010). Bu yüzden gıdalarda yer alan elementlerin kimyasal ölçümlerinin yapılması çok önemlidir.

Yapılan kimyasal ölçümlerin sonuçlarının ulusal ve uluslararası yasal zorunluluklar açısından değerlendirilebilmesi için ölçüm sonuçlarının güvenilir, doğru, ulusal ve uluslararası boyutta karşılaştırılabilir olması gerekmektedir. Güvenilir ve doğru analiz sonuçları elde edebilmek için uluslararası geliştirilmiş standart analiz yöntemleri, standart

analiz prosesleri, kullanılan cihazların kalibrasyonu, kullanılan cihazlara ait performans testleri, yapılan ve yapılacak olan analizin metot validasyonu, analizin yapılacağı laboratuvarlar için akreditasyon gibi yöntemlerden biri veya bu yöntemlerden bir kaçını kullanılır. (Perçin, 2014)

Dünya Ticaret Örgütü kendisine üye olan ülkelerden ticareti kolaylaştırabilmek için ticari malların kriterlerini, uygunluğunun değerlendirilmesi işlemlerinin güvenilirliğini, bu işlemlerin yapıldığı ortamların teknik yeterliliklerinin ve işlemlerin şeffaflıklarının sağlanmasını talep etmektedir. Dünya Ticaret Örgütü'nün bu taleplerinin gerçekleştirilmesini sağlayacak olan ana basamak akreditasyon çalışmalarıdır. Akreditasyon, değerlendirme kuruluşlarında yapılan çalışmaların ve kriterlere uygunluk değerlendirme sonuç belgelerinin güvenilir ve geçerli olduğunun doğrulanması amacıyla kurulmuş uluslararası bir kalite alt yapısıdır (Perçin, 2014).

Laboratuvarlarda akreditasyonun gerçekleştirilmesi metot validasyonu, sonuçların izlenebilirliği ve ölçüm belirsizliği başlıklarında üç ana basamağa bağlıdır. Validasyon, kimyasal veya fiziksel analizlerde kullanılan cihazların, analiz yönteminin ve yapılan analizlerin sonuçlarının uluslararası belirlenmiş koşullara uygun olup olmadığını tespit etmek için yapılan çalışmaların tamamı olarak tanımlanmaktadır. Kesinlik, gerçeklik, LOD, LOQ, doğrusalık, ölçüm aralığı, seçicilik, spesifiklik, duyarlılık ve sağlamlık parametreleri validasyon çalışmalarının işlem basamaklarıdır. Bir yöntemin bir laboratuvarında ilk kez kullanılması durumunda, yapılacak bir analiz için daha önce hiç kullanılmamış bir yöntem geliştirildiği durumlarda, kullanılmakta olan bir analiz yönteminin işlem basamaklarında değişiklik yapıldığı durumlarda, başka bir laboratuvarında valide edilmiş bir analiz yönteminin farklı bir laboratuvarında kullanılacağı durumlarda, valide edilmiş bir analiz yönteminin valide eden kişilerden farklı kişilerce kullanılacağı veya yöntemde kullanılan cihazda değişiklik yapıldığı durumlarda, valide edilmiş bir analiz yönteminin sonuçlarında zamanla değişmelerin olduğu durumlarda mutlaka validasyon çalışması yapılmalıdır. Ölçüm belirsizliği, rastlantısal olarak meydana gelen olayların meydana getirdiği yönü belli olmayan etkileri sebebiyle, yapılan analizlerin sonuçları etrafında karşılaşılabilecek değerlerin bulunduğu sınırları belirleyen ve kantitatif hesaplamalar sonucu ortaya çıkan verilerdir. Birden çok belirsizlik kaynağının meydana getirmiş olduğu etkiler hesaplanarak bir araya getirilmesiyle ölçüm belirsizliği hesaplanmış olur. Yapılan analizlerin sonuçlarının güvenilir olabilmesi için ölçüm belirsizliği hesaplamalarının mutlaka yapılması gerekmektedir (Perçin, 2014).

### 1.1.1. Mineral Element ve Ağır Metaller

İnsan vücudunda en çok bulunan minerallerin çoğu doğada en yaygın olarak bulunan elementlerdir. Özellikle deniz suyu ile sitoplazma arasında mineral bileşim yönünden yakınlık yaşamın denizlerde başlamasının bir kanıtı olarak kabul edilebilir. (Asi, 1996)

Canlı organizmalarda organik yapıya katılan karbon (C), hidrojen (H), oksijen (O), azot (N) ile birlikte kalsiyum (Ca), fosfor (P), magnezyum (Mg), potasyum (K), sodyum (Na), klor (Cl), kükürt (S), demir (Fe), bakır (Cu), kobalt (Co), çinko (Zn), mangan (Mn), krom (Cr), molibden (Mo), flor (F), selenyum (Se), iyot (I), bor (B), brom (Br), silisyum (Si), nikel (Ni), ve alüminyum (Al) gibi elementlerin yapılan araştırmalar sonucunda insan vücudunda da bir miktar bulunduğu belirlenmiştir. (Asi, 1996)

C, H, O, ve N dışında kalan Ca, P, Mg, K, Na, Cl ve S elementleri geride kalan diğer elementlere göre organizmada daha fazla miktarda buldukları için bu elementlere makro besin elementleri veya mineral elementler denir. Fe, Cu, Co, Zn, Mn, Mo, F, Se ve I gibi elementler diğer elementlere nazaran daha az miktarda bulunduğu için iz element, eser element veya eser mineral elementler adı verilir. Bunlar daha çok enzimlere, hormonlara ve vitaminlere bağlı olarak görev yaparlar. Ancak iz elementlerin belirli bir limit üzerinde olması canlıya zarar verebilir (Asi, 1996).

Ağır metal kavramı ise, metalik özellikler gösteren elementlerden oluşan açık ve tam bir tanımlaması yapılamamış olan grupta bulunan ve vücutta eser seviyede dahi olması istenmeyen elementlere verilen isimdir. Bu gruba 60'tan fazla metal dahildir ve bunların bazıları; Arsenik (As), Berilyum (Be), Kadmiyum (Cd), Kobalt (Co), Krom (Cr), Bakır (Cu), Demir (Fe), Cıva (Hg), Mangan (Mn), Molibden (Mo), Nikel (Ni), Kurşun (Pb), Antimon (Sb), Sezyum (Cs) Toryum (Th), Vanadyum (V) ve Çinkodur (Zn) (Atabey, 2010). Ağır metal kavramı biraz muğlak olmakla beraber bir başka ifadesi de taşıdığı isimle paralel olarak yoğunluğu  $5 \text{ g/cm}^3$ 'den büyük, atom numarası da  $20 \text{ g/mol}$ 'den büyük olan, vücut için toksik (zehir) etkiler ve çevre için ise kirlilik oluşturan metaller olarak da tanımlanabilir. Be'nin yoğunluğu  $1.85 \text{ g/cm}^3$  ve atom ağırlığı ise  $9.0 \text{ g/mol}$ 'dur. Ancak Be, yüksek toksisitesinden dolayı ağır metal olarak kabul edilir. Dolayısıyla, yukarıda verilen listede net olarak toksik riske sahip ve kirlilik oluşturan ağır metallere örnek olarak As, Be, C, Hg, Pb, Sb, Cs ve Th verilebilir. Geri kalan metaller her ne kadar ağır metal olarak adlandırılırsa da eser miktarları vücutta elzemdir ve birçok enzimatik reaksiyonlarda aktif rol oynarlar. Ancak şu da unutulmalıdır ki, adı geçen eser metaller olması gereken miktarlardan daha yüksek

bulunmaları durumunda toksik etki oluşturabilirler. Bu nedenle ağır metal ve toksik metal kavramları yerine ve dozajına göre farklılık ihtiva eder.

#### **1.1.1.1. Kalsiyum (Ca)**

Yeni doğan bebeklerde 30 gram, yetişkinlerde ise 100–1200 gram arasında kalsiyum bulunur. Vücutta kalsiyumun büyük kısmı kemik ve dişlerde bulunur. Geri kalan kısım yumuşak dokularda ve vücut sıvılarındadır (Baysal, 2007).

Kalsiyum minerali kemikte hidroksi apatit şeklinde bulunur. Bu organik kolojen matriksini saran kristal kalsiyum fosfat yapısıdır. Flor, magnezyum, çinko, sodyum gibi mineraller de bu yapının içinde yer alır. Buna göre kemiğin %70'i minerallerden, geri kalan kısmı ise organik yapıdaki proteinlerden oluşur (Baysal, 2007).

Yapılan araştırmalar sonucu kalsiyum elementinin insan vücudunda belirli hayati işlevleri olduğu anlaşılmıştır. Bu işlevler; kemik ve diş sağlığının korunmasında, kan plazmasında, vücuttaki hormonların bir çoğunun işleyişinde, hücre mebranından taşıma işlerinde, sinir iletimi ve kalp atımını denetiminde aktif roller üstlenir. (Baysal, 2007).

Kalsiyum gereksiniminin belirlenmesinde, büyüme için gerekli olan kalsiyum miktarları emilme durumu ve zorunlu atım gibi faktörler hesaba katılır. ABD Tıp Enstitüsü Besin ve Beslenme Komitesi en üst kalsiyum birikimini ve kalsiyumun biyo yararlılığını hesaba katarak farklı yaş gruplarının alması gereken günlük kalsiyum miktarları Tablo 1.1'de belirtildiği gibidir (Baysal, 2007).

Vücuttaki kalsiyum yetersizliğinde, dişlerde ve diş etinde yapısal problemlere, osteoporosite (kemiğin mineral içeriğinin azalmasıyla kırılabilir duruma gelmesidir ve daha çok menopoz sonrası ortaya çıkan bir hastalıktır) ve osteoporoz'a (kemik erimesi) neden olur. Kandaki kalsiyum iyonu eksikliği hipertansiyon sıklığının artışı ile ilintili olduğu yapılan araştırmalarda tespit edilmiştir (Baysal, 2007).

Tablo 1.1. Farklı yaş gruplarının alması gereken günlük kalsiyum miktarları

Yaş Grubu	Alınması gereken Kalsiyum Miktarı (mg)
0 – 6	210
7 – 12	270
1 – 3	500
4 – 8	800
9 – 18	1300
19 – 50	1000
>51	1200

### 1.1.1.2.Magnezyum (Mg)

Yetişkinlerin vücudunda ortalama 25 gram kadar magnezyum bulunur. Bunların %60'ı kemiklerde ve dişlerde, %26'sı kaslarda, kalanı ise yumuşak dokularda ve vücut sıvılarında bulunur. Vücut sıvılarında bulunan magnezyumun çoğunluğu hücre içindeki sıvılarda bulunur. Serumdaki magnezyumun yaklaşık yarısı serbest halde, kalan kısmı ise serum proteinlerine (albümin) bağlıdır (Baysal, 2007).

Magnezyum, kas ve sinir sistemleri için önemlidir. Magnezyum, DNA sentezi gibi birçok hücrel olay için gereklidir. Magnezyum eksikliği; bünyede gerilemeye, mental bozukluğa, huzursuzluğa, sinir ve kas çalışmasında bozulmalara yol açar. Magnezyum eksikliği, kan basıncının yükselmesine ve kalp ritminde bozulmaya ve osteoporoz hastalığı riskini artırır. Ayrıca eksikliği, diyabete hastalığına yakalanma riskini de artırır (Baysal, 2007).

Yetişkin erkeklerde 355 mg, yetişkin kadınlarda 252 mg günlük magnezyum alımıyla magnezyum dengesi sağlanır. Serum magnezyum düzeyi normal şartlarda 1.8–2.3 mg/dL arasındadır. Bu veriler dikkate alındığında alınması gereken magnezyum miktarları Tablo 1.2'de belirtildiği gibidir (Baysal, 2007).

Tablo 1.2. Farklı yaş gruplarının alması gereken günlük Magnezyum miktarları

Cinsiyet	Yaş Grubu	Alınması gereken Magnezyum Miktarı (mg)
Erkek	14 – 18	410
	19 – 30	400
	>31	420
Kadın	14 – 18	360
	19 – 30	310
	>31	300
Bebek	0 – 6 ay	30
	1 – 12 ay	75
	1 – 3 yaş	80
Çocuk	4 – 8 yaş	130
	9 – 13 yaş	240

### 1.1.1.3. Demir (Fe)

Esansiyel iz elementlerin en önemlisi olan demir, insan vücudunda 45 mg/kg kadar bulunur. Vücutta bulunan demirin 2/3'ü kanda bulunur. Kandaki demirin çoğunluğu kanın %15'ini oluşturan hemoglobinin yapısında, %5'lik kısmı miyoglobinde ve çok küçük kısmı ise plazmada taşıyıcı rol oynayan proteine ( $\beta$ -globulin) bağlıdır. Vücuttaki demirin geri kalan kısmı ise karaciğer, dalak ve kemik iliğinde depolanır (Baysal, 2007).

Demir, elektron alarak redoks reaksiyonlarını katalize eder. Hemoglobinin yapısında bulunan demir minerali oksijenin dokulara taşınmasında, karbondioksitin ise akciğere taşınmasında etkilidir. DNA sentezinde yer alan Ribonükleotit redüktaz enziminin yapısında yer alır. Hidrojen peroksidi parçalayan katalaz enziminin yapısında yer alır. Demir bağışıklık sistemi ve bilişsel performans için gereklidir. Dokularda bulunan miyoglobinin yapısında bulunan demir hemoglobin ile gelen oksijeni depolar. Demir birçok enzim ve koenzim molekülünde katalizör olarak görev yapar (Baysal, 2007).

Yetişkin kişilerin günlük demir ihtiyacı, vücuttan kaybolan demir kadardır. Bu miktar 0.9 mg'dır. Vücuda alınan demirin %10'unun bağırsaktan emildiği düşünülürse günlük alınması gereken minimum miktar 9 mg'dır. Bazı yaş ve cinsiyet gruplarına göre tavsiye edilen günlük demir tüketimi Tablo 1.3'te verilmiştir (Baysal, 2007).

Tablo 1.3. Farklı yaş gruplarının alması gereken günlük Demir miktarları

Yaş Grubu	Cinsiyet	%5	%10	%12	%15
1 – 3	Bebek	12	6	5	4
4 – 6	Çocuk	13	6	5	4
7 – 9		18	9	7	6
10 – 14	Erkek	29	15	12	10
15 – 18		38	19	11	12
>19		27	14	16	9
10 – 14 (1)	Kız	28	14	12	9
10 – 14 (2)		65	33	28	22
15 – 18		62	31	26	21
19 – 50	Kadın	59	29	27	20
>51		23	12	9	8

(1)Menstruasyon görmeyen (2) Menstruasyon gören

Demir eksikliğinin en önemli belirtisi “Hipokromik Mikrositik Anemi” hastalığı, yani Demir Yetersizliği Anemisi’dir. Bu durum anemi hastalığı ile karıştırılmamalıdır. Demir Yetersizliği Anemisi vücuda yeterli miktarda demir minerali alınmasıyla düzelir. Demir Yetersizliği Anemisi durumunda kanın oksijen taşıma kapasitesi azalacağından kansızlık, yorgunluk, baş dönmesi, iştahsızlık, sindirim sisteminde bozukluklar, tırnakların incilmesi, kısa nefes alıp verme gibi belirtiler görülür. Demir eksikliğinin bir diğer etkisi ise bağışıklık sisteminin hastalıklara cevap vermesinin etkilenmesidir (Baysal, 2007).

#### 1.1.1.4. Bakır (Cu)

Bazı metobolik enzimlerin ve proteinlerin bileşeni olan bakır bir eser elementtir. Özellikle bitkisel kaynaklı gıdalarda bol miktarda bulunur (Onat ve Ark, 2002).

Farklı kaynaklara göre insan vücudundaki bakır miktarları 50 mg ile 150 mg arasında değişmektedir (Aksoy, 2011).

Vücutta bakır en fazla karaciğer, böbrek, beyin ve kalpte bulunur. Az miktarda da saçta bulunur (Aksoy, 2011).

Bakır süperoksit dismutaz (güçlü bir antioksidan) trozinaz gibi bazı enzimler için kofaktör görevi görür. Hemoglobın sentezi için önemli bir faktördür. Seruloplazminin yapısında yer alan bakır karaciğerde depolanan demirin transferinde yer alır. Bakır içeren bir protein olan lisil oksidaz, elastin ve kolojenin çapraz bağlarının oluşmasına yardımcı

olur. Memelilerdeki kan pıhtılaşmasında aktif rol oynayan glikoproteinin yapısında bakır atomu yer alır. Bakır, hücre içerisinde ATP üretiminde de yer alır (Aksoy, 2011; Onat ve Ark, 2002).

Bir insan normal bir beslenme ile ortalama günde 2–4 mg bakır almaktadır. Bu miktar yetişkinler için yeterlidir. Bebekler ve çocukların alması gereken bakır miktarı 0.05 mg/kg dir. Bilim insanları yetişkinler için günde 1.5–3 mg, bebekler için 0.4–0.7 mg ve çocuklar için günde 0.7–2.5 mg bakır almaları önerir. (Aksoy, 2011)

Bakır eksikliği sık rastlanmayan bir durumdur. Plazmadaki bakır düzeyinin düşmesi hipokupremiye ve nefrosis hastalarında idrar ile seruloplazminin kaybına yol açar.

Bakırın yetersizliğinde serum bakır ve seruloplazmanın düzeyi düşer. Demir yetersizliğinde olduğu gibi anemi görülür. Elastin üretimi azalır deride pigmentasyon azalması meydana gelir ve hipotermi meydana gelir. Alzheimer hastalığı riskini artırır.

Wilson hastalığı ve Menkes sendromu bakır metabolizmasını etkiler. Wilson hastalığına sahip bir kişinin vücuduna alınan bakır seruloplazmina bağlanmaz. Bu hastalığa sahip kişilerde karaciğerden safra yolu ile bakır atımı yeterli olmadığı için bakır birikerek böbreklere, karaciğere ve korneaya zarar verir. Vücuttaki bakır fazlalığı demans (bunama) hastalığına ve karaciğerde fonksiyon bozukluklarına sebep olur.

Diğer bir genetik hastalık olan menkes sendromuna sahip hastalarda intestinal bakırın emiliminde karışıklık meydana gelir. Burada bakırın intestinal mukozadan kan dolaşımına geçişinde problem yaşanır. Hücre içinde normal fonksiyonu olan kuproproteinlere katılamaz. Bu çocuklara intravenöz bakır verilirken çok dikkat edilmelidir. Çünkü menal geriliğe, anormal kemik oluşumuna, sıcaklık değişimine ve enfeksiyonlara neden olur. (Aksoy, 2011)

#### **1.1.1.5. Çinko (Zn)**

Yetişkin bir insan vücudunda demirden sonra 1.3–3 gram ile en çok bulunan iz elementtir. Yetişkin bir insan vücudunda başta pankreasta, karaciğerde, böbreklerde, akciğerde, kaslarda, kemiklerde, gözlerde, endokrin bezlerinde ve prostatta olmak üzere bütün doku ve organlara dağılmış haldedir. Vücutta bulunan çinkonun %95'i tiyolaz ve imidazol ligantı halinde hücre içerisinde yer alır. (Aksoy, 2011)

Çinko, karbonhidrat ve enerji metabolizmasında protein yakımında ve sentezinde, nükleik asit sentezinde, hem biyosentezinde, karbondioksit taşınmasında ve diğer bir çok reaksiyonda katalizör olarak görev yapar. 100 'e yakın metal ile enzimlerde kofaktör olarak

görev yapar. Bu enzimlerden en önemlileri karbonik anhidraz, laktat dehidrogenaz, glutamat dehidrogenaz, alkalın fosfataz süperoksit dismutaz, timidin kinaz ve karboksipeptidazdır. Çinko, protein-protein etkileşimine katılarak hücrel farklılaşma ve proliferasyonunda yer alır. Çinko, gen ekspresyonunun regülasyonunda görev alarak hücre bölünmesi ile çoğalan hücrelerin farklılaşarak organ oluşumundan ve sindirim sisteminin düzenli çalışmasından sorumludur. Çinko, deri ve bağ dokularının iyileşmesine olumlu etkide bulunur (Aksoy, 2011; Baysal, 2007).

ABD’de önerilen alım miktarı, günde insan vücuduna ortalama alınması gereken çinko gereksinimlerini belirlemiştir. Bu standarda göre bebeklerde günde 5 mg, çocuklarda günde 10–15 mg ve yetişkinlerde günde 12–15 mg çinko almaları gerekmektedir (Aksoy, 2011).

Çinko yetersizliğinde büyüme periyodunda gelişme geriliği gözlenir. Cücelik denilen ”dwarfism” meydana gelir. İmmün (bağışıklık) sisteminde yer alan lökositlerdeki proteinlere bağlanan çinko yetersizliğine lenfesiz transformasyonunda serumlar meydana gelir. Çinko yetersizliğinde saç dökülmesi, deri lezyonları, diyare, sindirim bozukluğu gibi semptomlar gözlenir. (Aksoy, 2011)

#### **1.1.1.6. Mangan (Mn)**

Mangan, yetişkin insanların vücudunda toplamda 20 mg civarındadır. Mangan insan vücudunda en çok karaciğer, kemik, pankreas, tükürük bezleri ve midede bulunur. Hücre içinde ise nükleusta ve mitokondri gibi hücre içi yapılarında yer alır. Mangan plazmada 2.5 mg/dL düzeyindedir (Aksoy, 2011).

Mangan, metaloenzimlerin bileşeni ve enzim aktivatörü olarak görev yapar. Mangan arginat, piruvat karboksilaz ve süperoksit dismutaz gibi enzimlerin bileşeninde yer alır. Amino asitlerin birbirlerine dönüşmesi reaksiyonlarını katalize eden enzimleri mangan minerali aktif eder. Mangan, serumdaki yağ toplama faktörü diye anılan “lipoprotein lipazı” enzimini aktive eder. Mangan minerali uzun zincirli yağ asidi kolestrol sentezlerini katalize eden enzimlerde kofaktör olarak görev yapar. Mangan, glikoz oksidasyonu esnasında meydana gelen glikolitik yolda ve kreps döngüsünde bir çok reaksiyona katkıda bulunur (Aksoy, 2011; Onat ve Arkadaşları, 2002).

Mangan yetersizliği insanlar için tam olarak tanımlanamamıştır. Hayvanlar üzerinde yapılan araştırmalarda mangan yetersizliği sonucunda büyüme geriliği, kemiklerde yapısal ve kimyasal anormallikler, dişilerde kısırılık ve yağ metabolizmasında bozulmalar görülmüştür. (Aksoy, 2011)

#### **1.1.1.7. Krom (Cr)**

Krom, sanayide yaygın olarak kullanılan bir elementtir. Yapılan arařtırmalar sonucu kromun organizmada ne miktarda yer aldıđı tespit edilememekle birlikte 6 mg düzeylerinde olduđu sanılmaktadır. Krom en fazla deri, adrenal bez, beyin kas ve adipoz dokuda bulunur (Onat ve Ark., 2002; Aksoy, 2011).

Glikoz ve yađ metabolizmasının kontrolünde rolü bulunan krom, insülinin organizmadaki etkisini artırır (Onat ve Ark., 2002).

Yapılan arařtırmalar sonucunda krom yetersizliđinde insanlarda ve hayvanlarda glikoz intoleransı, serum kolesterol, trigliserit ve açlık insülini düzeylerinde yükselmeler görülmüřtür. İnsan vücudunda insüline karřı direncin arttıđı gözlenmiřtir. (Aksoy, 2011)

#### **1.1.1.8. Kobalt (Co)**

Kobalt elementi B<sub>12</sub> vitamininin integral bir parçası olduđu için vücutta B<sub>12</sub> vitaminini olduđu her yerde görülür. En fazla görüldüđu yer ise karaciđerdir. İnsan vücudunda totalde 1.1 mg kobalt bulunur (Aksoy, 2011).

Memeli canlılarda B<sub>12</sub> vitamininin bir parçası olarak görev yapar. B<sub>12</sub> vitamini haricinde glisiglisin dipeptidaz enzimi için gerekli olduđu tespit edilmiřtir. İnorganik kobalt folat ile timidin metebolizması yoluyla hücre proliterasyonu için önemli olan eritropoezi stimule eder (Aksoy, 2011).

Kobaltın yetersizliđi için yapılan çalıřmalarda B<sub>12</sub> vitamininin bir parçası olduđu için spesifik bir ayırım yapılamamaktadır. Kobaltın aşırı alımı polisitemiye neden olur. Kobaltın toksik etkisine çocuklarda daha sık rastlanır. (Aksoy, 2011)

#### **1.1.1.9. Nikel (Ni)**

Nikel elementinin canlılarda 10 mg düzeylerinde bulunduđu sanılmaktadır. Organizmada en fazla deride, kemikte, özellikle de kemik iliđinde bulunur. Nikel vücuda alımında en fazla karaciđer ve kaslar etkilenmektedir (Aksoy, 2011).Yapılan arařtırmalar sonucunda insan vücudunun günlük nikel gereksiniminin 150 µg olduđu tespit edilmiřtir (Onat ve Ark., 2002).

Nikel, bitkilerde üreaz enzimlerinin ve bakterilerinin çođunda dehidrogenaların kofaktörü olarak görev yaparlar. Yapılan arařtırmalar sonucu nikelin insan vücudundaki işlevleri tam olarak saptanamamıřtır. Ancak deney hayvanları üzerinde yapılan çalıřmalarda nikelin gen ekspresyonunda, redoks tepkimelerinde görev yapan enzimlerde ve demirin

emiliminde görev alan enzimlerde kofaktör olarak görev yapar (Baysal, 2007; Onat ve Ark., 2002).

İnsan vücudunda nikel eksikliğinde karaciğer dehidrogenaz enzimlerinde azalmalar görüldüğü, mikrokondrial yapının etkilendiği, endoplazmik retikulumun yapısında değişiklikler meydana geldiği, nükleik asit ve membran yapısında görev alan arginaz ve deoksiribonükleaz enziminin aktivesinde değişiklikler meydana geldiği tespit edilmiştir (Aksoy, 2011).

Nikel, vücudun gereksiniminden fazla alınması sonucunda deride tahrişler, kalp damar sisteminde bozukluklar meydana gelirken nikel kanserojen etkiler de göstermektedir (Dağ, 2010).

#### **1.1.1.10. Sodyum (Na)**

Sodyum minareli organizmadaki hücrelerin dışındaki sıvıda yer alan bir katyondur. Yetişkin insanların vücudunda toplamda 120 mg seviyelerinde sodyum minerali bulunur. Vücutta bulunan sodyum mineralinin 1/3'ü iskelette inorganik materyale bağlı olarak, geri kalan kısmı ise hücre dışı sıvıda, plazmada, sinir ve kas dokularında yer alır (Aksoy, 2011; Yılmaz, 2014).

Sodyum mineralinin temel görevlerinden bir tanesi vücuttaki sıvı dengesini korumaktır. Hücre içinde ve dışında bulunan sıvının hareketini kontrol eder. Vücudun kan basıncının düzenlenmesine katkıda bulunur. Sinir uyarıları iletimine katkı yapar. Sodyum minerali kalp kası da dahil olmak üzere vücuttaki kasılmış tüm kasların gevşemesini sağlar. Sodyum minerali canlılarda klor ve bikarbonatla birlikte vücuttaki asit-baz dengesini sağlar. Sodyum-potasyum pompası ATPaz enzimi ile birlikte hücre dışı sıvıda bulunan maddenin hücre içerisine geçişine katkıda bulunur. Sodyum minerali kış mevsiminde ve erken gelen ilkbaharda bitkilerin özsuyunun donma noktasını düşürerek bitkilerin don olayından zarar görmesini azaltır (Aksoy, 2011; Yılmaz, 2014; Yıldırım, 2017).

Sodyum minerali canlıların besinlerinde genellikle sofr tuzu (NaCl) formunda bulunur. NaCl ya bütün yiyeceklerde bulunur ya da pişirme esnasında katıldığı için insan vücudunda (özel problemler hariç) beslenmeden kaynaklı sodyum minerali yetersizliği pek görülmemektedir.

Tavsiye edilen günlük alım miktarları yetişkinlerde 500 mg'dir. Sofra tuzunun beşte biri sodyum mineralidir. WHO'ya göre günde 10–15 gram sofr tuzu (NaCl) alınması yeterlidir. Çok terleyen insanlar tavsiye edilen miktarların üzerine günde 7 gram daha fazla

sodyum ihtiyacı meydana gelmekle birlikte vücuda giren her bir litre su için 2 gram sodyum tuzu (NaCl) alınmalıdır (Aksoy, 2011).

#### **1.1.1.11. Potasyum (K)**

Potasyum minerali organizmada sodyum mineralinin yaklaşık iki katı miktardadır. Yetişkinlerde potasyum minerali 270 mg düzeyindedir. Potasyum minerali en fazla hücre içi sıvıda yer alır. (Aksoy, 2011). Geri kalan kısmı ise kas, karaciğer ve beyinde bulunur. Potasyum minerali sebzelerin neredeyse tamamında inorganik tuzlar halinde bulunur (Asi, 1996).

Hücre içindeki sıvıda yer alan potasyum hücre dışındaki sıvıda yer alan sodyum minerali ile birlikte osmotik basıncı, su dengesini sağlar. Potasyum minerali, sodyum minerali ve Hidrojen elementi ile birlikte asit-baz dengesini düzenler. Potasyum minerali, sinirsel iletilerin iletilmesinde rolü vardır. Potasyum minerali, kalp ritminin düzenlenmesinde rol oynar. Potasyum minerali, vücutta depolanacak glikozun depolanabilmesi için gereklidir. Potasyum minerali, kas ve hücre proteinlerinin sentezlenebilmesi için gerekli olan azotun depolanabilmesi için ve bu sentezleme esnasında kullanılan enzimlerin aktivitesi için gereklidir. Potasyum minerali fosforilasyonlar gibi vücutta meydana gelen bazı metabolik tepkimeler için de ayrıca gereklidir (Aksoy, 2011; Yılmaz, 2014; Sağlamer, 2018).

Yapılan araştırmalar sonucunda potasyum minerali alımı için belirli bir miktar önerilmemektedir. Ancak yetişkin bir kişinin RDA standartlarıncı günlük 2 g potasyum almasının uygun olacağı belirtilmektedir (Aksoy, 2011).

İnsan vücudunda potasyum minerali yetersiz olduğunda aşırı cilt kuruluğu, ishal, kabızlık, kavrama bozuklukları, vücutta sıvı birikimi, asabiyet, aşırı terleme, kalp ritminde bozulmalar, gelişme bozukluğu, bulantı, kusma, tansiyonda düşüklük, kolesterol seviyesinde yükselme, kaslarda yorgunluk-zayıflık, kaslarda kasılmalar ve periyodik baş ağrıları meydana gelir (Yılmaz, 2014).

Potasyum miktarının insan kanında normalin üstünde olması durumuna “hiperkalemi” adı verilir. Yapılan araştırmalar sonucunda hiperkaleminin gözlenen belirtileri arasında, adale zayıflığı, geçici felçlik, el ve ayaklarda titremeler bulunur (Yılmaz, 2014).

#### **1.1.1.12. Alüminyum (Al)**

Doğada en bol bulunan üçüncü element alüminyumdur. Doğada genelde boksit cevheri halinde bulunur. Oksidasyona karşı yüksek direnci vardır. Endüstride farklı dallarda milyonlarca farklı ürünün yapımında kullanılır (Örnek, 2013).

Bugüne kadar yapılan araştırmalarda alüminyumun canlı hücreler üzerinde yararlı bir etkisi tespit edilmiştir. Bazı canlılarda alüminyum teması sonucunda dermatiti (deri iltihabı) stiptik (kan durdurucu) kaşıntılı kızarıklık, sindirim bozuklukları, besin emiliminin durması ve kusma gibi zehirlenme belirtileri şeklinde alerjik reaksiyonlar meydana gelebilir (Yılmaz, 2014).

#### **1.1.1.13. Kurşun (Pb)**

Kurşun endüstrileşen toplumlarda kentleşme ve sanayileşmenin bir sonucu olarak yaygın olarak çevrede bulunur (Abanoz, 2010).

Günlük beslenme ile vücuda alınan kurşunun %5–10'u kalsiyum mekanizması gibi emilir. Bu oran çocuklarda %40'a kadar çıkabilir (Aksoy, 2011).

Kurşun, emilimi gerçekleştikten sonra kan yolu ile özellikle eritrositlerde dağılır. Vücuda alınan kurşunun %90'ı kemiklerde, geri kalan kısım ise yumuşak dokularda, karaciğerde, böbreklerde ve diğer organlarda depolanır. Vücuttan atılımı çoğunlukla safra yoluyla, %10–20'lik kısmı idrar yoluyla, kalan kısım ise dışkı yoluyla gerçekleşir (Aksoy, 2011).

Kurşun, sindirim sistemi ve solunum sistemi ile vücuda alınır. Vücuda alınan kurşun kemik iliğinde üretilen kan hücrelerinin parçalanmasına neden olur ve bu durum sonucunda "Anemi" meydana gelir (Altındağ, 2002).

Vücuda giren kurşunun zehir etkilerinden en önemlileri beş duyu organındaki sakatlıklar, sindirim sistemi bozuklukları, Gençlerde beyinsel aktivitelerde bozukluklar ve aşırı agresifliktir (Yıldız, 2004).

Kurşunun vücutta sebep olduğu diğer etkiler ise hemoglobin biyosentezinin yavaşlaması, sperm hasarları, iktidarsızlık, çocuklarda öğrenme becerisinde gerileme, çocuklarda davranış bozukluğudur. Ayrıca, anne karnındaki bebeğe plasenta aracılığı ile geçen kurşun sinir sisteminde bozukluğa ve zeka geriliğine neden olur (İvakli, 2008).

#### **1.1.1.14. Kadmiyum (Cd)**

Toksit bir element olan kadmiyum en saf olduđu durumda bile ınko filizleri ile karışık halde bulunur (Yumuşakbaş, 2013).

Kadmiyum elementi yumuşak bir yapıya sahip olup gümüş beyazlığında yüksek elektro pozitifliğe sahip ve kolayca işlenebilir özelliktedir (Altundağ, 2002).

Kadmiyum elementi diğere bütün ağır metaller içinde suda çözülebilmek kabiliyeti en yüksek olan element olduđu için doğada yayılma hızı en yüksek elementtir. Besinler ile vücuda giren kadmiyum elementinin %2'sinin vücut tarafından emilimi gerçekleşir. (Bedir, 2010). Kadmiyum elementi vücuttan atılması en zor element olduđu için vücutta birikir (Yumuşakbaş, 2013). Vücutta özellikle karaciğer ve böbreklerde biriktiği yapılan araştırmalarda kanıtlanmıştır (Altundağ, 2002).

Kadmiyum elementi atmosferde oksitlenerek kadmiyum oksit halinde bulunur. Kadmiyum oksit yüksek oranda solunumu akut pnömonitis ve akciğer ödemeine neden olur. Kadmiyum elementine uzun süreli maruz kalınması ile akciğer kanseri ve prostat hastalığına neden olduđu tespit edilmiştir (Alhas, 2007).

Kadmiyum elementi kofaktör-koenzim olarak ınko mineralini kullanan enzimlerdeki ınko ile yer değıştirerek bu enzimlerin çalışmasını engellemektedir (Yumuşakbaş, 2013).

Uzun süreli kadmiyum ağır metaline maruz kalma durumlarında en çok böbrekler etkilenir. Yapılan araştırmalar sonucunda böbreklerde biriken kadmiyum ağır metali böbrek fonksiyonlarını bozarak geri dönüşü olmayan ağır hasara neden olur. Bunların dışında kadmiyum ağır metali, mide rahatsızlıklarına, kemiklerde önemli problemlere, halsizliğe, kronik baş ağrısına, ateşlenmelere, terlemeye, kaslarda gerilemeye, ağrıya beraber kusmaya ve hiper tansiyona neden olur (Alhas, 2007).

Bunların haricinde kadmiyum ağır metali, erkeklerde kısırlığa, kemiklerde kalsiyum kaybına, kalsiyum metabolizmasında bozulmaya, kemik ağrılarına, Osteomalazi, Osteoporoz meydana gelmesine neden olur (Bedir, 2010).

#### **1.1.2. Mineral Element ve Ağır Metal Analiz Yöntemleri**

Mineral element ve ağır metal analizlerinin gerçekleştirilmesinde kullanılan birçok yöntem vardır. Günümüzde en yaygın kullanılan yöntemler (Yılmaz, 2014);

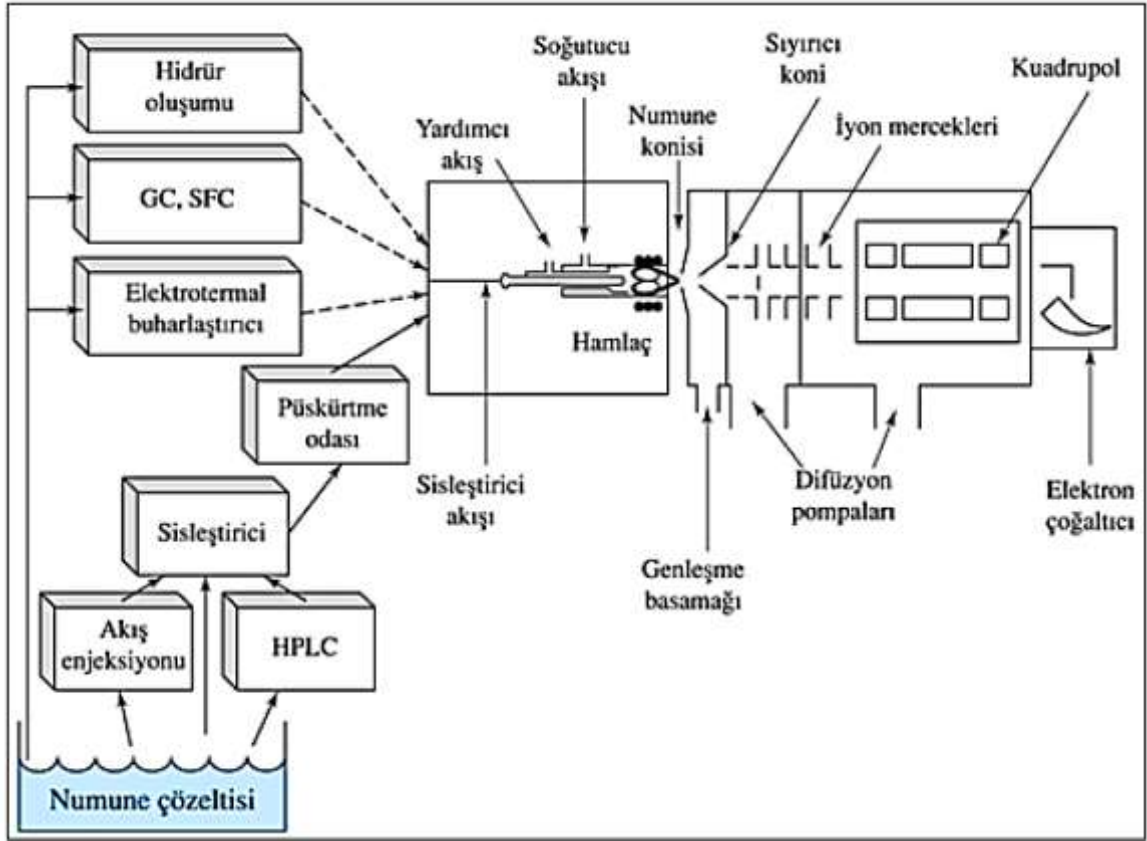
- 1- İndüktif eşleşmiş plazma kütle spektrometri (ICP–MS)
- 2- Atomik absorpsiyon spektrometri (AAS)
- 3- İndüktif eşleşmiş plazma optik emisyon spektrometri (ICP–OES)

#### 4- Mikrodalga Plazma Atomik Emisyon Spektrometri (MP–AES)

##### 1.1.2.1. İndüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometri (ICP–MS)

İndüktif işlenmiş plazma kütle spektrometre (ICP–MS) cihazı, örneği uyararak iyonize etmek için 7000–10000 °C’lik bir plazma oluşumunu sağlayan bir plazma kaynağından (ICP), örnek iyonlarını hassas bir şekilde tespit edilmesini sağlayan kütle analizöründen (MS) ve örnek iyonlarını plazma kaynağından kütle analizörüne taşınmasını sağlayan bir ara yüzden oluşmaktadır. Mineral element ve ağır metallerin analizinde kullanılan ICP–MS yöntemi birçok endüstride çok geniş kullanım alanına sahiptir. (Yılmaz, 2014)

ICP–MS cihazında, numunelerin iyonizasyonunu gerçekleştirebilmek için plazma kaynağı olarak argon gazından elde edilen argon plazması ve plazma kaynağından oluşan iyonların ayrıştırılması ve tespit edilebilmesi için kütle spektrometresinden yararlanır. Sisteme alınan sıvılaştırılmış numune ve indirgeyici çözelti birbirleri ile karıştırılarak aerosol oluşturulur ve bu aerosol sisleştiriciye (nebülizatör) pompalanır. Sisleştiriciden plazma kaynağına (ICP) gelen numune aerosolu burada iyonlaştırılır. İyonize olmuş numune atomları plazma içerisindeki atmosferik basınçtan vakum odası içerisinde bulunan kütle spektrometresine bir ara yüz yardımıyla transferi gerçekleşir. Numune iyonları ara yüz içerisinde bulunan örnekleme ve ön filtreleme konilerinden geçerek lens sistemi aracılığıyla kuadropol kütle analizöre taşınır ve elektron çoğaltıcı deteksiyon sisteminden geçerek kütle/yük oranlarına göre ayrımı gerçekleşir. Doğada bulunan metal izotopların kütleleri farklı olup örneğin içerisinde bulunduğu miktarlar ile orantılı bir şekilde pik oluşturması sonucunda örnek içerisinde bulunan analitin konsantrasyonu tespit edilir (Yılmaz, 2014). Sistemin şematik gösterimi Şekil 1.1’de gösterilmiştir (Tekin, 2019).



Şekil 1.1. Bir ICP–MS sisteminin şematik gösterimi

### 1.1.2.2. Atomik Absorpsiyon Spektrometri (AAS)

Atomik Absorpsiyon Spektrometri (AAS), yüksek sıcaklıklarda gaz haline gelen element atomlarının yaymış oldukları elektromanyetik ışınların absorplanması esasına dayanmaktadır. Sisteme alınan numunede yer alan elementler önce nötral hale getirilir. Sonra numune yüksek sıcaklıklarda atomik buhar haline gelir ve son olarak atomik buhardan yayılan ışınlar ile kaynaktan yayılan elektromanyetik ışın demeti etkileşime geçmesi sonucu aranan analitin konsantrasyonu tespit edilir.

Atomik absorpsiyon spektrometresi ışın kaynağı, atomlaştırıcı, monokromatör, dedektör ve kayıt sisteminden oluşur. Atomik absorpsiyon sistemlerinde oyuk katot lamba (OKL), elektrotsuz boşalım lambası (EDL), sürekli ışık kaynağı ve buhar boşalım lambası adı verilen dört çeşit ışık kaynağı kullanılmaktadır. Bunlar arasında en yaygın kullanılan ışık kaynakları OKL ve EDL'dir. Atomlaştırıcı, gelen gaz fazında bulunan örnek iyon veya moleküllerini atomlarına dönüştürür. Analiz edilen numunede yer alan elementin duyarlılığı atomlaştırıcıya bağlıdır. Atomlaştırıcılar alevli ve alevsiz olarak iki farklı türdendir. Alevli atomlaştırıcılar, aranan analitin içerisinde bulunduğu sıvı haldeki numune, alevli oluşturulan

gaz karışımıyla karışması sonucu ayrışır. Ardından bu karışım atomlaşması için alev başlığına ve yanma bölgesine iletilir. Alevsiz atomlaştırıcılar hidrür atomlaştırma, elektrotermal atomlaştırma ve soğuk buhar atomlaştırma adı verilen üç farklı şekildedir. Monokromatörler aranan analizin rezonans hattını numune içerisinde bulunan diğer analitlerin rezonans hatlarından ayıran optik bir sistemdir. Dedektörler monokromatörlerden yayılan ışınların elektrik sinyallerine dönüştürülmesinde kullanılan bir parçadır. Monokromatörden yayılan ışınların fotonlarının dedektörün fotokat yüzeyine çarpması ile elektronlar fırlatılır. Bu fırlayan elektronlar dedektörün dinot yüzeylerine doğru elektriksel alan içerisinde hızlandırılarak dinot yüzeyine hızlıca çarpması sağlanır. Dinota çarpan her bir elektron dinot yüzeyinden elektron koparır ve bu kopan elektronlar bir anotta toplanarak elektronik sinyallere dönüşür. Oluşan bu sinyaller AAS'ye bağlı olan bilgisayarlarda kullanılan kayıt sistemi aracılığıyla oluşması gerçekleştirilir (Akyol, 2018).

### **1.1.2.3. İndüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometri (ICP–OES)**

İndüktif eşleşmiş plazma optik emisyon spektrometrisi (ICP–OES) çok sayıda elementin aynı anda kantitatif analizini gerçekleştirebilen ve çok düşük konsantrasyonda bile aranan analitin tespit edilmesinde kullanılan hassas bir analiz yöntemidir.

ICP–OES, yüksek konsantrasyonlara sahip katyon ve bu konsantrasyonlara yakın elektron içeren plazma içerisinde atomların ve iyonların uyarılması sonucu yayılan ışınların şiddetinin bir dedektör yardımıyla numune içerisinde aranan analitlerin miktarı ile eşleştirilmesi prensibiyle çalışır.

İndüktif eşleşmiş plazma kaynağı yüksek enerjili ve frekanslı iyonlaşmış bir plazmayı oluşturabilmek için pahalı olan argon soygazından faydalanır. Çalışılan numuneden oluşturulmuş olan aerosol içerisinde bulunan analitler, plazmanın 10000 °K sıcaklıkta olan merkezinde ayrışır, atomlaşır ve uyarılması sağlanır. Uyarılan bu atomlar daha düşük enerjiye sahip temel hallerine dönerken karakteristik ışınlar yayarlar (Mülağzımoğlu, 2005). Yayılan bu ışınlar optik emisyon spektrometrenin optik detektörleri yardımıyla aranan analizlerin miktarları tespit edilir. Numunenin içerisinde bulunan aranan analitin veya analitlerin miktarı yayılan ışın şiddeti ile doğru orantılıdır. ICP–OES cihazının temel bileşenlerinin şematik gösterimi Şekil 1.2'de gösterilmiştir (Aktaş, 2019).

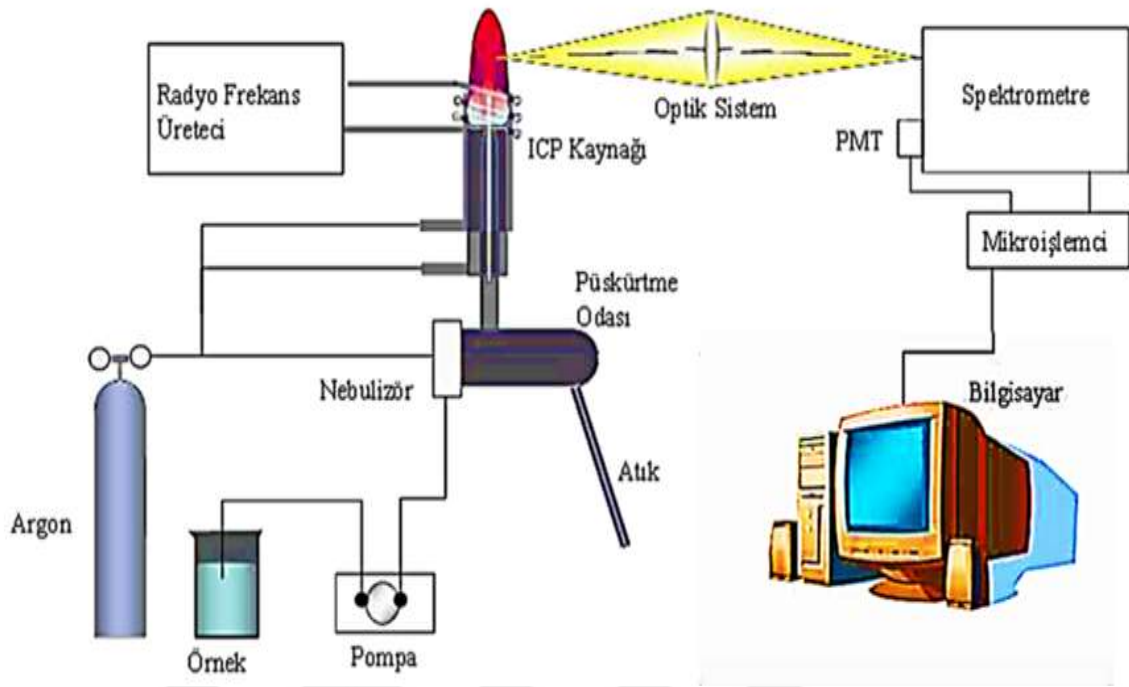
ICP, iç içe geçmiş üç adet kuvars borudan oluşan bir hamlaç (torch) (Şekil 1.3) yardımı ile oluşturulur. Argon gazı torch'un en dış ve ortada bulunan borulardan geçerek torch'un uç kısmında bulunan indüksiyon bobininin bulunduğu bölüme ulaşır. Su soğutmalı

indüksiyon bobini torch'a 27 veya 40 MHz'lik ve 0.5–1.5 kW güç sağlayarak kıvılcım oluşturur. Oluşturulan kıvılcım argon gazını iyonlaştırarak plazmanın oluşumunda rol oynar (Sağlamer, 2018).

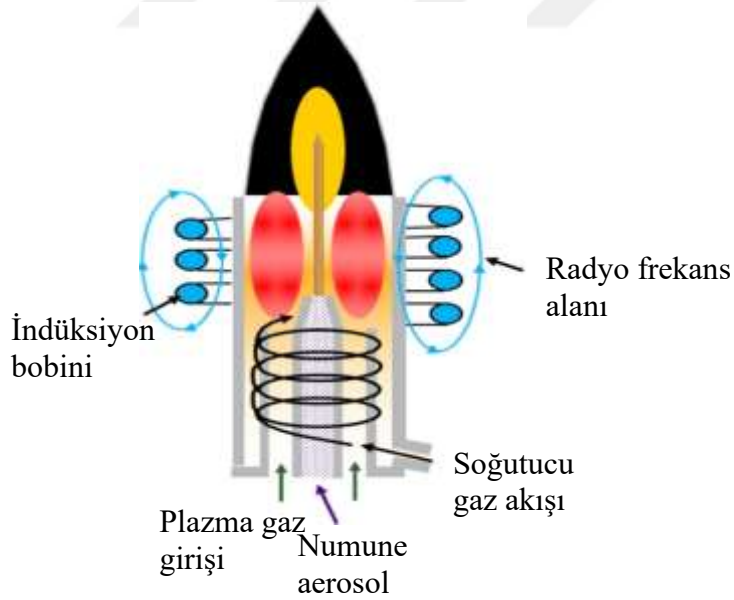
Sprey odasında spreyleştirilen numune, argon gazı ile torch'tan geçerek 6000–10000 °K sıcaklığındaki plazmaya gelir. Plazmanın merkezinde numune kurur, parçalanır, oluşan iyonlar uyarılır ve emisyon spektrometresine gönderilir. Uyarılan iyonlar yüksek enerjili konumdan düşük enerjili konuma (temel hale) geçerken yaydıkları karakteristik özellikteki ultraviyole ve görünür bölge ışınları bir detektör yardımıyla aranan analit veya analitlerin miktarı tespit edilir (Şahin, 2001).

#### **1.1.2.4. Mikrodalga Plazma – Atomik Emisyon Spektrometri (MP–AES)**

Oda sıcaklığında (20–25 °C) maddelerin atomları temel halde bulunur. Temel halde bulunan atomlar bir kaynak yardımıyla uyarıldıklarında kararsız halde bulunan uyarılmış enerji düzeyine çıkarlar. Atomik emisyon spektroskopileri kararsız halde bulunan bu uyarılmış atomların kararlı hale geçerken yaymış oldukları ultraviyole (UV) ve görünür bölge ışınlarının ölçülmesi ilkesinden faydalanarak ölçüm yapmaktadır. Periyodik cetvelde yer alan elementlerin atom numaraları ve çekirdeklerinin etrafında yer alan elektron sayıları da birbirlerinden farklı oldukları için kararsız halden kararlı hale geçerken yaptıkları ışınların dalga boyları da farklı olmaktadır (Yörük, 2008). Sıvı haldeki bir çözeltiden analit iyonlarının ayrışması ve emisyon yapacak pozisyona gelme basamakları Şekil 1.4'te gösterilmiştir (Yılmaz, 2014).



Şekil 1.2. İndüktif eşleşmiş plazma emisyon spektrometre (ICP–OES) cihazının temel bileşenlerinin şematik gösterimi



Şekil 1.3. ICP-OES sistemindeki plazma hamlacı (torch)



Şekil 1.4. Atomlaşma ve uyarılmanın şematik gösterimi

Atomik emisyon spektroskopisi temelde alev, elektrik arkı ve kıvılcımı ile atomlaştırılan analitin devamında aynı kaynakla uyarılmasına dayanmaktadır. Bunlara ek olarak atomik emisyon spektroskopisinden son yıllarda plazma kaynakları önemli yer tutmakla birlikte yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır (Yörük, 2008).

Diğer yöntemlerle kıyaslandığında plazma, ark ve kıvılcım emisyon spektroskopilerine bazı üstünlükleri bulunur. Bu üstünlükler şöyle sıralanabilir:

- Belirli uyarılma koşulları altında aynı anda birçok element için iyi emisyon spektrumları elde edilerek kaydedilebilir. Bu özellik, az miktardaki örnekte çok sayıda elementin analizinde çok büyük öneme sahiptir.
- Yüksek enerjiye sahip olan plazma kaynaklı emisyon spektroskopilerinde refraktör bileşikler oluşturan elementler düşük derişimlerde analiz edebilirler.
- Uygulanan yüksek sıcaklıklardan kaynaklı olarak elementler arası gerişimler daha düşük seviyededir.
- Plazma kaynaklı temiz emisyon spektrumları ile metallerin dışında klor (Cl), brom (Br), iyot (I) ve kükürt (S) gibi ametallerin analizi de gerçekleştirilebilir.
- Plazma kaynaklı atomik emisyon spektroskopileri diğer yöntemlere nazaran daha geniş konsantrasyonlarda çalışabilmektedir.

Plazma, ark ve kıvılcım kaynaklı atomik emisyon spektroskopilerinin kaynaklarından alınan emisyon spektrumları binlerce çizgiden oluşan karmaşık spektrumlardır. Bu durum

kalitatif sonuçlar istendiği durumda avantaj sağlarken kantitatif sonuçlar istendiği analizlerde spektral girişimlerin olma olasılığı arttığı için spektrumların kullanımı güçleşmektedir. Atomik emisyon spektrometresinin diğer yöntemlere nazaran ayırma gücü daha yüksek olmasına rağmen burada daha pahalı optik cihazlar kullanılmaktadır (Yörük, 2008).

Plazma, yüksek derişimde katyon, elektronlar, iyonlaşmış negatif ve pozitif parçacıklar ile nötr atomlarından ve molekül parçacıklarından oluşan iletken bir gaz karışımıdır. Bilim insanları plazmayı son yıllarda maddenin katı, sıvı ve gaz halinden farklı olarak maddenin 4. hali olarak tanımlamaktadırlar. Bunun sebebi olarak plazmanın da maddenin diğer fazlarına göre çok yüksek enerji düzeyinde ve aktif halde bulunan çok sayıda elektron ve molekül içermesi olarak gösterilmesidir (Bozduman, 2012).

Plazmalar meydana geldikleri basınç düzeylerine göre ikiye ayrılmaktadırlar. Bunlar düşük basınç (vakum) plazması ve yüksek basınç (atmosferik) plazmasıdır. Atmosferik basınçta kullanılan güç kaynakları şu şekilde sınıflandırılır.

- ✓ DC plazma,
- ✓ Düşük frekans plazma,
- ✓ RF Plazma,
- ✓ Mikrodalga Plazma,

Bu güç kaynaklarına göre sınıflandırılan plazma tiplerinin frekans aralıkları Tablo 1.4'te verilmiştir (Bozduman, 2012).

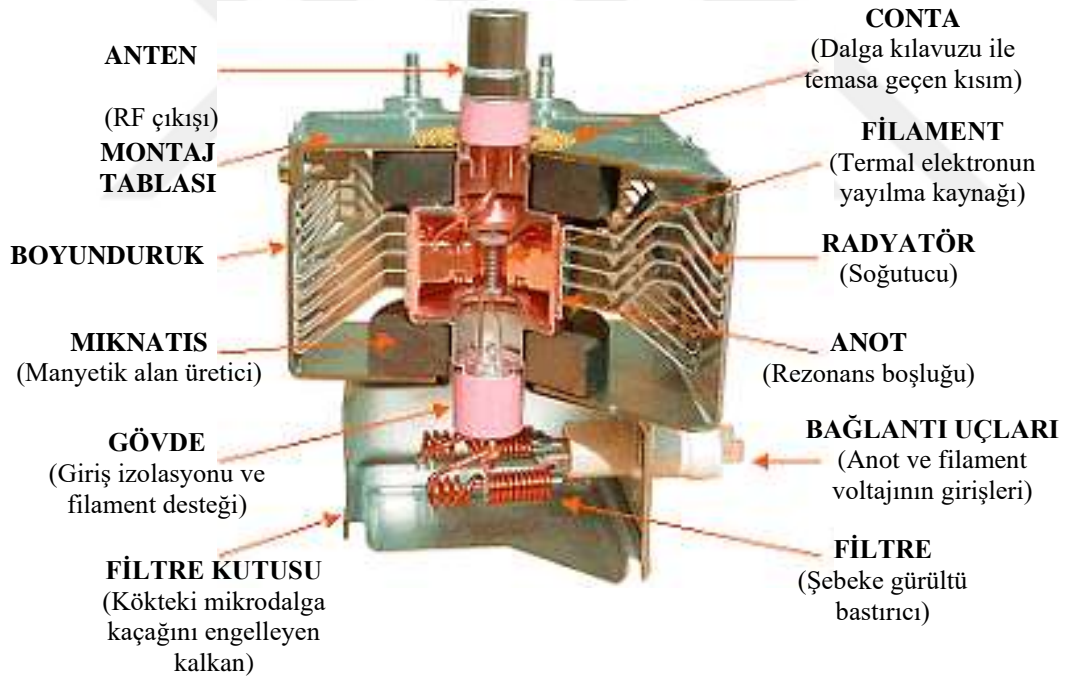
Tablo 1.4. Frekans Aralıklarına Göre Plazma Tipleri

<b>Plazma Tipi</b>	<b>Frekans Aralığı</b>
DC plazma	0 Hz
Düşük frekans plazma	$F \leq 1$ MHz
RF plazma	$1 \leq F \leq 500$ Mhz, genellikle 13,56 Mhz
Mikrodalga plazma	$0,5 \leq F \leq 10$ Ghz, genellikle 2,45 Ghz

Mikrodalga, elektromanyetik spektrum alanlarında 300 Mhz'den 30 Ghz frekans aralığına sahip olan, nükleer ve iyonize etkiye sahip olmayan ışın hüzmesi şeklinde yayılan dalgalara verilen addır. Elektromanyetik spektrumda kızıl ötesi ışınlar ile genel radyo

dalgaları arasında bulunan mikro dalgalar çıkış sinyallerine göre sürekli mikrodalgalar ve darbeli mikrodalgalar olarak ikiye ayrılır.

Laboratuvarların bulunduğu ortamda plazma oluşturulmasında kullanılan mikrodalgalar magnetron (Şekil 1.5) adı verilen, anot ve katottan oluşan metalik vakum tüpleri yardımıyla oluşturulurlar. Magnetron, vakum tüpünde yer alan ve çok sayıda boşluklardan oluşan anodun etrafı yerleşik yapıya sahip manyetik bir çerçeve ile sarılmıştır. Katotta yer alan elektronlar yüksek voltaj uygulanması ile birlikte oluşan manyetik alanın etkisiyle dairesel yörüngeler çizerek anoda doğru hareket ederler. Bu durum her bir kovitin iki yanında bulunan anot vanaları arasında RF alanı yani mikrodalga ışınlarının oluşmasını sağlar. Meydana gelen bir mikro dalgaların toplanıp transferinin gerçekleştirilmesi için kovitlerin içerisinde elektronlar vardır. Standart bir magnetronun bileşenleri Şekil 1.5’da gösterilmiştir (Bozduman, 2012).



Şekil 1.5. Standart bir magnetronun bileşenleri

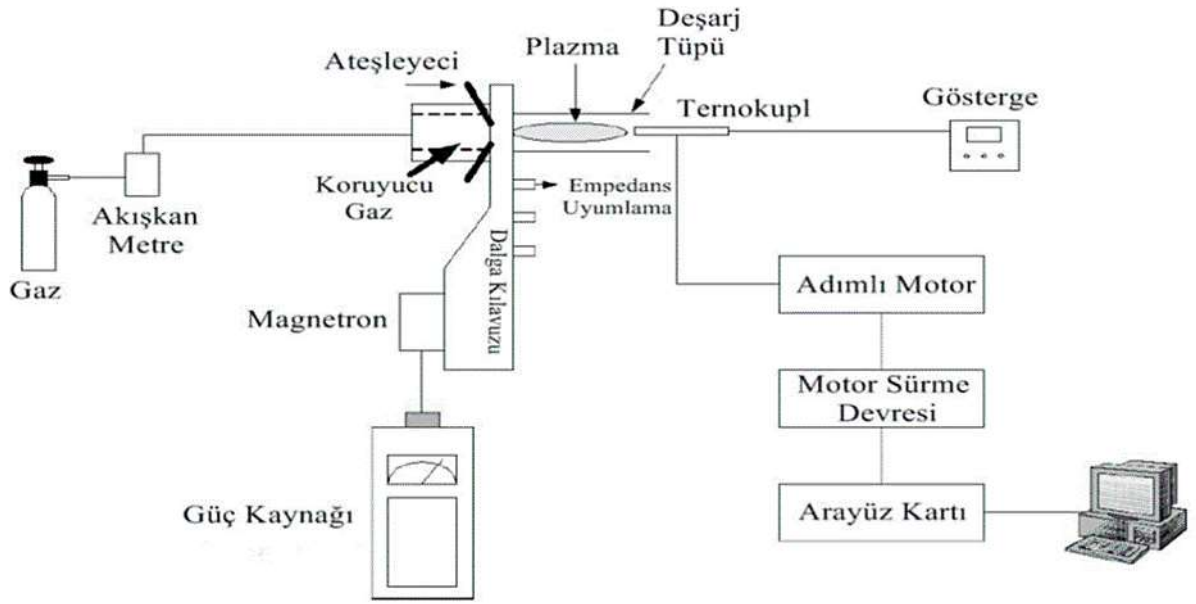
Mikrodalga ışınlarının frekans aralıkları oldukça yüksek olduğu için transferi özel olarak üretilmiş izolasyonlu koaksiyel kablolar (düşük güçte bulunan mikrodalga ışınları için) ve dalga kılavuzları (yüksek güçteki mikrodalga ışınları için) kullanılmaktadır.

Mikrodalga deşarjları için atmosferik basınçta elektrik alanları etkisi ile gerçekleşen, genellikle mikrodalga plazmalarının oluşturulmasında kullanılan frekans 2.45 Ghz'dir. Mikrodalga plazma, iletilen güç maksimum seviyede ve yansıyan güç ise minimum seviyede olduğunda oluşabilmektedir. Yansıma gücünün yüksek olduğu durumlarda mikrodalga kaynağının zarar görmemesi için kaynağa gelen dalgaları geri çeviren sirkülatörler kullanılır. Mikrodalga reaktörü, mikrodalga ışınları kullanılarak oluşturulan plazma sistemlerine verilen isimdir.

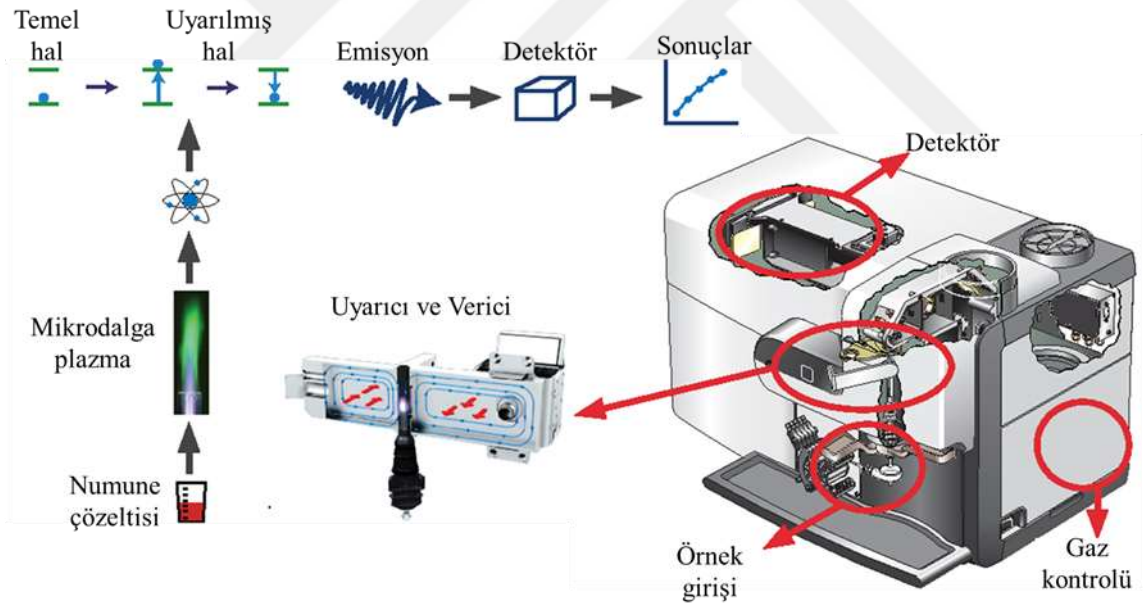
Atmosferik basınç altında plazma oluşturan gazların deşarjı zor olduğundan dolayı bir ateşleme sistemi kullanılır. Kullanılan bu ateşleme sistemi yüksek voltaj kullanılarak çalıştırılır ve çalıştırılan ateşleme sistemi plazma oluşumunda kullanılan gazların deşarjının başlatılması sağlanır. Başlatılan bu gaz deşarjının sürdürülebilmesi için mikrodalgalardan faydalanılır. Yüksek voltajın oluşturduğu manyetik alanın etkisi, mikrodalgaların oluşturduğu manyetik alanın etkisinden daha büyük olduğundan gaz deşarjının daha kolay başlaması sağlanır ve bu sebepten dolayı plazma oluşumu kolaylaşır. Şekil 1.6'de atmosferik basınçta ateşleme sistemine sahip olan mikrodalga reaktörünün şemasına gösterilmektedir (Bozduman, 2012).

Plazma oluşumunda gaz kaynağı olarak argon ve helyum gibi pahalı gazlar kullanıldığı gibi dünya atmosferinde bulunan havanın içerisinde yer alan azot gazı da plazma oluşumunda gaz kaynağı olarak kullanılabilir (Bozduman, 2012).

Bu tez kapsamında validasyon ve ölçüm belirsizliği çalışmaları Agilent 4200 marka mikrodalga plazma – atomik emisyon spektrometre (MP–AES) (Şekil 1.7) cihazı kullanılmıştır. Cihazda plazma oluşumu torch (Şekil 1.8) üzerinden gerçekleştirilir ve plazmanın sürdürülebilmesi için Agilent 4107 model bir azot jeneratörü ile havanın içerisinde bulunan azot gazı kullanılır. MP AES cihazının içerisinde bulunan 2.45 GHz'lik hava soğutmalı bir magnetrondan gelen mikrodalga enerjisi ile özel olarak tasarlanmış torch'un etrafında manyetik alan oluşturularak azot jeneratöründen elde edilen azot gazı (Şekil 1.9) 5000 °K'ye ulaşan sıcaklıktaki plazmayı oluşturur (Toylar, 2020; Özbek 2018). Azot jeneratörü içinde bir kartuş vardır (karbon moleküler elek) ve bu kartuşa gelen azot-oksijen karışımı (hava) ayrıştırılır. Ayrıştırılan azot gazı torch'a gönderilir ve plazmanın sürdürülmesi sağlanır. Oksijen gazı ise sistemden degaz edilir.



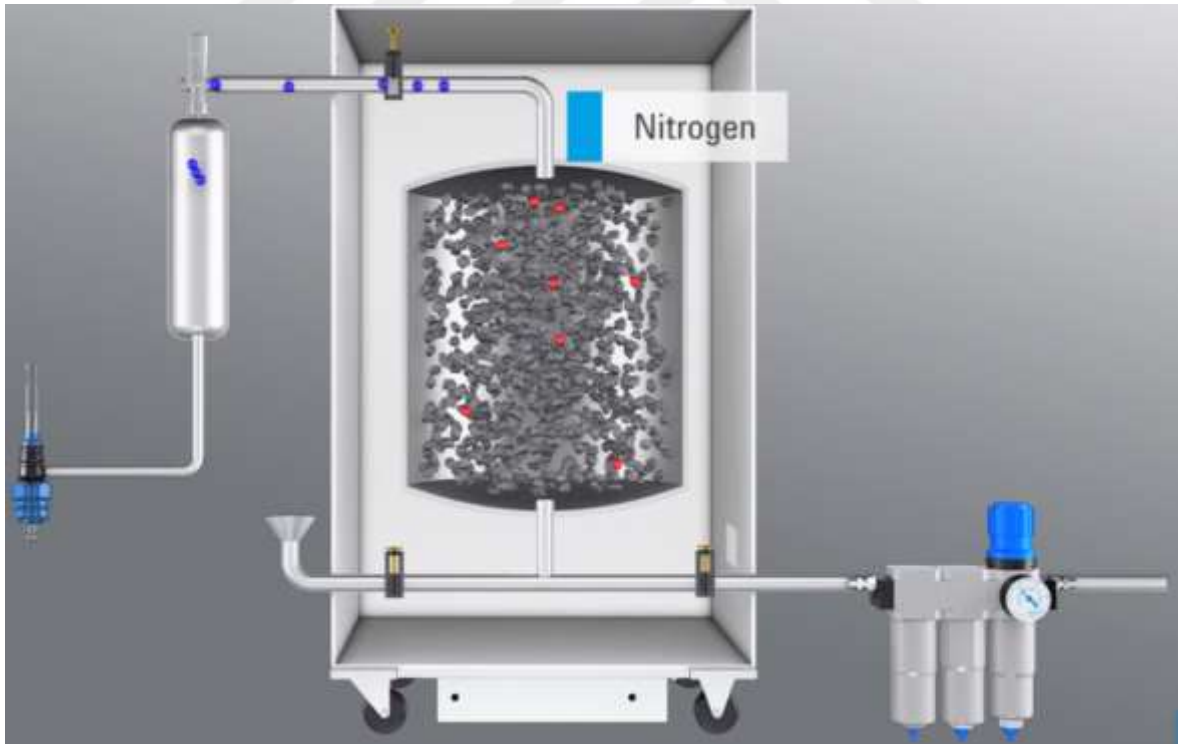
Şekil 1.6. Ateşleme sistemine sahip mikrodalga plazma reaktörü



Şekil 1.7. Agilent 4200 MP-AES cihazının şematik gösterimi ve temel özellikleri



Şekil 1.8. MP-AES’de plazmanın oluşturulduğu torch’un genel yapısı



Şekil 1.9. Plazmaya yakıt desteği için basınçlı havadan azotu ayırıp sisteme gönderen bir azot jeneratörü

Sıvı ya da sıvılaştırılmış sulu örnek, dört portlu anahtarlama valfli bir peristaltik pompa yardımıyla emilerek sisleştirciye (örneğin OneNeb nebulizör) gelir. Sisleştircide gelen sıvı numune azot gazı basıncı ile çok küçük bir delikten çift geçişli cam siklonik spreycam odasına (Şekil 1.10) püskürtülür. Çok küçük delikten geniş bir odacığa püskürtülen numune, tıpkı deodorantlardaki sistem gibi spreyleşir ve uçucu hale gelir. Spreyleşmeyen kısım spreycam odasından sistem dışına atılır. Uçucu hale gelen sıvı damlacıkları (aerosol) yine azot gazı yardımıyla 5000 °K sıcaklıktaki plazmanın merkezine taşınır. Bu sistemde azot gazının üç görevi vardır: (i) sıvı numuneyi basınçla spreycam odasına püskürtmek, (ii) spreyleşen numune damlacıklarını plazmaya taşımak ve (iii) plazmanın sürdürülmesini sağlamak.

Plazmanın merkezinde spreyleşmiş numune damlacıklarından önce çözücü (su) buharlaşır, sonra numune bileşenleri ayrışır ve en son da bileşenler atomize olur. Atomize olan analit atomları aynı ortamda uyarılarak yüksek enerjili kararsız hale geçirilmeleri sağlanır. Bu kararsız yapıda bulunan atomlar daha kararlı yapıya, yani daha düşük enerjili temel hallerine geri döndüklerinde karakteristik ışınlar yayarlar. Yayılan bu ışın her element için farklı karakteristik bir dalga boyuna karşılık gelir. Uyarılmış atomları içeren plazma emisyonu hızla bir tarama monokromatörüne yönlendirilir. Sistem çalıştırılmadan önce tayin edilecek her elementin rezonans hattındaki dalga boyları seçildiğinden, monokromatör sadece bu dalga boylarındaki emisyonları seçerek detektöre gönderir. Burada yer alan ve yüksek verimli CCD dedektörü üzerinde plazma emisyonunda yer alan atomların yaymış oldukları ışınların dalga boyları yardımıyla görüntüleme yapılır. Görüntüleme sonuçları cihaz ile birlikte gelen bilgisayarda kurulu olan MP Expert yazılımı ile izlenir. MP Expert yazılımı cihaz kontrolünün gerçekleştirildiği yöntem parametrelerine sahip olan otomatik arka plan düzenlemelerini içeren en iyi analitik dalga boylarının seçimine yardımcı olan geniş bir dalga boyu veri tabanına sahiptir. Agilant MP Expert yazılımı bilinmeyen spektrumu ile boşluk, analiz ve beklenen etkileşimler için modellerin ölçekli toplamı arasındaki kare farklarının toplamını en aza indirmek için gereken her bir modelin miktarını tahmin eder. Bu modelleme, örnek spektrumunda tanımlanan parazitler içinde doğru ve analitik bir düzelme sağlar. Ayrıca bu yazılım her bir analiz için nebulizasyon basıncını ve görüntüleme pozisyonlarını da optimize etmek için kullanılır. MP–AES cihazının şematik gösterimi ve temel bazı özellikleri Şekil 1.7’de gösterilmiştir (Yoshida, 2013).



Şekil 1.10. Çok modlu örnek giriş sistemi (MSIS) ve sprey odası

### 1.1.3. Metot Validasyonu

CITAC/Eurochem klavuzunda yer alan tanıma göre akreditasyon, kişilerin veya birimlerin özel hizmetleri sağladığının ve bu hizmetleri gerçekleştirebilme yeterliliğine sahip olduğunun resmi ve uluslararası kurumlar tarafından tanınma prosedürüdür (Perçin, 2014).

Resmi gazetede yayınlanan Türk Akreditasyon Kurumu (TÜRKAK) uygunluk değerlendirme kuruluşlarının akreditasyon hakkında yönetmelikte geçen akreditasyon tanımı ise, muayene belgelendirme ve laboratuvar kuruluşlarının ulusal ve uluslararası kabul görmüş teknik kriterlere göre yeterliliğinin değerlendirilmesi, onaylanması ve belirli periyotlarla denetlenmesidir (TÜRKAK, 2017).

Laboratuvar akreditasyonu, laboratuvarında gerçekleştirilen test ve analizlerin sonuçlarının güvenilir olabilmesi için laboratuvarın teknik alt yapısının yeterliliğinin uluslararası tanınmış ve yetkilendirilmiş kuruluş veya kuruluşları gerekli kriterlere göre değerlendirilmesi, onaylanması ve belirli periyotlarda denetlenmesi faaliyetidir (Perçin, 2014)

Akreditasyon, kurum ve kuruluşlar için isteğe bağlı bir süreç olmasına rağmen günümüzde zorunluluk haline gelmiştir. Akreditasyon yetkinlik, tarafsızlık ve bağımsızlık ilkelerine odaklıdır. Laboratuvar koşullarında yapılan herhangi bir test veya analiz farklı zamanlarda, farklı yerlerde ve farklı kişiler tarafından yapılırsa yapılsın belirlenmiş güvenilirlik aralıkları içinde aynı sonuçların alınmasını sağlamalıdır (Perçin, 2014) .

Akreditasyon, bunların yanında ulusal ve uluslararası yüksek saygınlığı ifade ederken, müşteri güvenirliliğinin artmasından dolayı müşteri portföyünün ve hizmet verilebilecek alanların çoğalmasını da sağlar (Hepsağ, 2018).

Akreditasyon çalışmaları esnasında üç temel konu üzerinde durulur (İnal ve Topkaya, 2010).

- ✓ Metot validasyonu,
- ✓ Ölçüm belirsizliği hesapları,
- ✓ Sonuçların izlenebilirliği

Validasyon, bir analiz prosedürünün belirlenen performans kriterlerine uygunluğunun objektif olarak test edilerek kanıtlanmasıdır (Olpak, 2012). Başka bir tanımla validasyon, analiz metodunun ilgili performans kriterlerine uygunluğunun belirlenebilmesi için metot parametrelerinin belirlenerek incelendiği bir geçerli kılma çalışmasıdır. Uluslararası Standartlar Organizasyonu (İSO)'nun 17025 standardında validasyonun tanımı; bir metot veya analiz prosedürünün belirlenen amaçlara uygunluğunun objektif olarak test edilerek belgelendirilmesidir (Perçin, 2014).

Validasyon çalışması aşağıda maddeler halinde belirtilen sebeplerin oluşması durumunda mutlaka yapılmalıdır (Kafalı, 2008):

- ✓ Analiz metodunun herhangi bir laboratuvarında ilk kez kullanılacağı zaman,
- ✓ herhangi bir analiz için yeni bir metot geliştirildiğinde,
- ✓ bir analiz için kullanılan yöntemde değişiklikler yapıldığı zaman,
- ✓ geçerli kılınan bir analiz metodu başka bir laboratuvarında kullanılacağı zaman,
- ✓ valide edilmiş bir analiz metodu veya cihazı yeni bir analizci tarafından ilk defa kullanılacağı zaman,
- ✓ laboratuvarında, kuruluştaki yeni bir cihaz devreye girdiği zaman, yapılan analiz metodunda, kullanılan kimyasallarda önemli bir değişiklik yapıldığı zaman,
- ✓ daha önceden valide edilmiş ancak uzun süre kullanılmamış analiz yönteminin tekrar kullanılacağı zaman,
- ✓ birbirinden farklı iki metodun birbirleriyle karşılaştırılmasının gerekli olduğu durumda,
- ✓ belli periyotlarda yapılan kalite kontrol testleri sonucunda daha önce valide edilmiş analiz metodunun performansında değişimler olduğu anlaşıldığı zaman.

Metot validasyonu, yapılabilecek potansiyel hataların sebeplerini tanımlamak amacıyla metodun, analizin amacına uygun olup olmadığını tespit etmek için ve metodun kestirimler yapmaya uygun olup olmadığını kanıtlanabilmesi için de yapılır (Çalışkan, 2016).

İki farklı validasyon uygulaması vardır; **kapsamlı validasyon** ve **tam iç validasyon**;

Kapsamlı validasyon, rutin kullanım öncesi metot performansı kriterlerinden tümünün veya belirli kısmının incelenerek dökümanite edilmesidir. Tam iç validasyon, analiz metodunun bütün performans kriterlerinin incelenerek dökümanite edilmesidir (URL-1, 2020).

Analiz metotları validasyon seviyeleri belirlenmiş olan performans kriterlerine göre değişiklikler göstermektedir. Bu Kriterler;

- ✓ Bir analiz metodu laboratuvarlar arasında yapılan bir çalışma ile valide edilmiş ise verifikasyon yapılması uygundur.
- ✓ Bir analiz metodu laboratuvarlar arasında yapılan bir çalışma ile valide edilmiş olmasına rağmen farklı yapıda bir örnek ile çalışılacak ise doğruluk, kesinlik, LOD ve LOQ yeni matriks ilave edilerek kontrol edilmelidir.
- ✓ Bir analiz metodu yalnızca laboratuvar içi yapılan bir çalışma ile geçerli kılınmış ise, verifikasyon parametrelerine validasyon parametreleride eklenerek uygulama yapılmalıdır.
- ✓ Bir analiz metodu bilimsel yayın yapan bir dergide yayınlanmış olmasına rağmen analiz metodunun hiçbir performans parametresi incelenmemiş ise tam iç validasyon yapılır.
- ✓ Bir analiz metodu bilimsel yayın yapan bir dergide yayınlanmış ve bu metodun belirli bir performans parametreleri incelenmiş ise verifikasyon parametrelerine ek olarak validasyon parametreleri de incelenmelidir.
- ✓ Bir analiz metoduna ait herhangi bir performans parametresinin bulunmadığı durumlarda veya laboratuvar içi çalışmayla geliştirilmiş ise tam iç validasyon uygulaması yapılmalıdır (URL-1, 2020).

İskandinav Gıda Analiz Komitesi'nin (NMKL) yayınlandığı rehberde metot validasyonu yapılırken incelenilmesini önerdiği performans parametreleri; doğruluk, kesinlik, spesifiklik, LOQ, LOD, sağlamlık, doğrusallık ve ölçüm aralığı parametrelerinden oluşur (Perçin, 2014).

Validasyon çalışmalarına başlamadan önce çalışmaların nasıl yapılacağına dair bir plan yapılmalıdır. Validasyon çalışma planı, laboratuvar imkânları ve analitik yönden yapılabilişliği gibi etkenler göz önüne alınarak hazırlanmalıdır. Yapılan çalışma planı aşağıdaki soruları cevaplayabilmelidir (Perçin, 2014):

- ✓ Analiz metodu niçin kullanılacaktır?
- ✓ Analiz sonucu kalitatif mi yoksa kantitatif mi olacaktır?

- ✓ Analiz serbest halde mi, bağlı halde mi, yoksa değişik kimyasal bileşikler halinde mi bulunuyor?
- ✓ Analizi yapılacak kimyasal bölgesel olarak dağılmış mıdır?
- ✓ Analiz metodunun uygulandığı bölge neresidir?
- ✓ Analizi yapılacak örneğin yapısından veya analiz esnasında başka kaynaklardan bulaşma olabilir mi?
- ✓ Analizi yapılacak numune miktarı ne kadardır? ve numune homojen bir yapıda mıdır?
- ✓ Örnekleme yapılacak mıdır?
- ✓ Analiz metodu LOD'ye yakın mı yoksa daha yüksek seviyede mi kullanılacak?
- ✓ Analiz yapılacak materyal ile ilgili yasal sınırlar mevcut mudur?
- ✓ Gerçekliğin nasıl sağlanması planlanmaktadır?
- ✓ Yapılan analizin sonuçları diğer laboratuvarlarda yapılan analizlerin sonuçlarıyla karşılaştırılacak mıdır?
- ✓ Yapılacak analizler ile ilgili gerekli çevresel koşullar nelerdir?
- ✓ Kaynaklar ile ilgili herhangi bir kısıtlama mevcut mudur? Finansal sınırlamalar var mıdır? (URL-2, 2020).

Validasyon çalışmaları için yazılan plan; validasyon çalışmalarında değerlendirilecek validasyon parametrelerini, zaman planlamasını ve validasyon çalışmasında yapılacak işleri detaylı bir şekilde içermelidir (Perçin, 2014).

Metot validasyonu parametreleri araştırmacılar tarafından oluşturulan farklı araştırma grupları ve uluslararası komiteler tarafından tanımlanarak literatürlerde bulunan kaynaklarda ve “Türk Gıda Kodeksi 2017/7 gıdalarda eser element ve bulaşan seviyelerinin resmi kontrolü” tebliğinde aşağıdaki gibi ayrıntılı olarak belirtilmiştir (Perçin, 2014):

- Seçicilik (selectivity)/matriks etkisi
- Spesifiklik (specificity)
- Tespit limiti (LOD) (Limit of Detection)
- Tayin limiti (LOQ) (Limit of Quantification)
- Ölçüm aralığı (Range)/Doğrusallık (Linearity)
- Doğruluk (accuracy)
  - Kesinlik (Precision)
    - Tekrarlanabilirlik (Repeatability)
    - Tekrar Üretilbilirlik (Reproducibility)
  - Gerçeklik (Trueness)

- Sistematik hata (Bias)
- Ekleme/Geri kazanım (Recovery)
- Sağlamlık (Robustness/Ruggedness)

Yukarıda sayılan parametreler metot validasyonu çalışmalarında en çok kullanılan parametrelerdir (URL-2, 2020).

#### **1.1.3.1. Seçicilik (Selectivity)/Matriks Etkisi**

Analiz metodunun, bir karışımından veya bir matriksten gelen bir veya birden fazla bileşenin benzer davranış gösteren farklı bileşenlerin buluşma olmadan analiz konsantrasyonu ölçme yeteneği olarak ifade edilir (Yumuşakbaş, 2013). Çalışma esmasında aranan bileşen ile benzer dalga boyu, benzer dalga zamanı gibi özellikler gösteren farklı bileşenlerin olmadığı kanıtlanmaya çalışılır. Matriks etkisi, yapılan çalışmalarda kendisini dedektör sinyalinde artış veya azalış olarak gösterir. (URL-4, 2020) Matriks etkisini tespit edebilmek için kör numuneler hazırlanarak analiz yapılır.(Olpak, 2012)

#### **1.1.3.2. Spesifiklik (Specificity)**

Spesifiklik, bir analiz metodunun aranan bileşeni örnek içerisinde bulunan diğer bileşenlerin arasından ayırt edilebilme yeteneğidir (URL-1, 2020). Litaratürde bulunan Sante dokümanlarında spesifiklik, analiz metodunda kullanılan cihazın detektörünün analiti etkili bir şekilde tanımlayabilecek sinyali sağlama yeteneği olarak ifade edilir (URL-4, 2020).

Spesifikliğin belirlenebilmesi için kör (blank) veya şahit numune ile kontrol numunelerinden çıkan örnekler karşılaştırılır. Kör numune analizinin amacı, materyalden veya analizde kullanılan kimyasallardan gelen analit bileşenlerinin tespit edilebilmesidir. (URL-4, 2020)

#### **1.1.3.3. Tespit Limiti (LOD, Limit of Detection)**

LOD, kör dışında kalan, yapılan analizde istenilen analitin tespit edilebilen en düşük miktarı veya konsantrasyonudur (Perçin, 2014). Başka bir ifade ile LOD, bir numunedeki analitin %95 yada %99 güvenirlilikte belirlenebilecek en düşük miktarıdır. (Çalışkan, 2016). Ancak bu noktadaki derişim kantitatif olarak değerlendirilmez. Yani LOD, cihazın/yöntemin algıladığı fakat kantitatif olarak değerlendirilemeyen en düşük derişimdir

Literatürde LOD'nin iki yolla hesaplandığı bildirilmektedir. Birinci yöntemde Formül 1.1'de gösterildiği gibi, bir seri kör çözeltinin (20 adet) ölçümünden elde edilen ortalama değer ile bu ölçümlerden elde edilen standart sapmanın 3 katının toplamı LOD değerini verir (İnal ve Topkaya, 2010). İkinci yöntemde ise Formül 1.2'de gösterildiği gibi, düşük derişimde analit içeren bir seri çözeltinin (20 adet) ölçümünden elde edilen ortalama değerin 3 katı alınarak LOD hesaplanır.

$$LOD = \bar{x}_k + 3s_k \quad (1.1)$$

$$LOD = 3s_k \quad (1.2)$$

$\bar{x}_k$  : kör çözelti ölçümlerinden elde edilen ortalama değer (derişim cinsinden)

$s_k$  : kör çözelti ölçümlerinden elde edilen standart sapma (derişim cinsinden)

#### **1.1.3.4.Tayin (Teşhis) Limiti (LOQ, Limit of Quantification)**

LOQ, analiz yapılan numunedeki analitin, uygun doğruluk ve hassasiyet ile %95 veya %99 güven seviyesinde kantitatif olarak tayin edilebileceği en düşük miktardır. (Çalışkan, 2016) Başka bir tanımla LOQ, numune içerisinde aranan analitin veya analitlerin uygun doğruluk ve kesinlik ile miktarı belirlenebilen en düşük seviyedir (Kızıllı, 2016).

Formül 1.3 ve 1.4'te gösterildiği gibi LOQ de LOD'de olduğu gibi iki farklı şekilde hesaplanır (Perçin, 2014; Hepsağ, 2018):

$$LOQ = \bar{x}_k + 10s_k \quad (1.3)$$

$$LOQ = 10s_k \quad (1.4)$$

Formüllerden de görüleceği gibi,  $LOQ = 3,3LOD$ 'dir.

#### **1.1.3.5. Ölçüm Aralığı / Doğrusallık (Linearity)**

Ölçüm aralığı analiz metodunun hangi konsantrasyonlar arasında gerçekleştirileceğinin belirlenebilmesi için yapılır. Analizde kullanılan cihazın kalibrasyon eğrisinde analiz edilen analitin konsantrasyonu ve analitten gelen sinyali algılayan detektörün vermiş olduğu yanıtın doğru orantılı olarak görüldüğü aralıktır (URL-1, 2020).

Standart kalibrasyon eğrisi, analiz metodu ve numuneye bağlı olarak belirli sayıda ölçüm noktası ile belirlenir. Standart eğrinin oluşturulması konsantrasyonları bilinen referans örneklerle veya kör numune içerisine eklenmiş ve konsantrasyonu belli olan analit çözeltisi ile yapılır. Eurachem rehberine göre en az altı noktada, her noktada 3 tekrar olacak şekilde ve bu 6 noktaya ek olarak kör eklenerek ölçüm yapılması tavsiye edilmiştir. ISO 11095 standardında ise en az 3 farklı referans örnek kullanılması ve tekrar sayısının en az 2 olarak belirlenmesi tavsiye edilmiştir (URL-1, 2020).

Kalibrasyon çözeltileri hazırlanırken çok dikkatli olunmalıdır. Genellikle ilk önce derişimi bağıl olarak yüksek bir stok çözelti hazırlanır. Stok çözeltiler genellikle saf analit tuzlarından hazırlanır. Çözelti hazırlama ve kalibrasyon grafiği çizme işlemlerinden sistematik veya rasgele hataların gelebileceği ve bunun da ölçüm sonuçlarına yansıtacağı unutulmamalıdır. Ölçüm belirsizliği hesaplarından kalibrasyondan gelen hatalar çok ciddi boyuta ulaşabilir. Bu nedenle analizin bu ilk basamağında oldukça titiz davranılmalıdır. Burada en önemli hususlardan biri, yukarıda da ifade edildiği gibi stok çözeltilerin hazırlanmasıdır. Metal analizlerinde tekli sertifikalı metal çözeltilerinin (örneğin 1000 mg/L) satın alınması en uygun seçenektir. Zira bu çözeltiler sertifikalı olduğundan düşük standart belirsizliklerle derişimleri tam olarak bellidir. Bu tekli metal çözeltilerinden dikkatli hacimler alınarak multielement içerikli referans çözeltiler oldukça hassas olarak hazırlanabilir. Burada tekrar bir uyarı niteliğinde unutulmamalıdır ki, çeşitli ölçü kapları ile (örneğin kaliteli mikropipetler) hacim alımları da birer hata kaynağıdır. Aslında en doğru yöntem, stok çözeltilerden hacim ölçümü ile kısımlar almak yerine hassas analitik terazide kütle üzerinden tartım yaparak kısımlar almak daha doğrudur. Bu şekilde stok çözeltilerden kısımlar alınarak standart çözeltiler hazırlanabilir. Ancak, kolaylık açısından kaliteli bir mikropipet yardımı ile ve minimum hata ile (sıfır hata ile hiçbir çözelti hazırlanamaz, hiçbir analiz yapılamaz) stok çözeltilerden standart referans çözeltiler hazırlanabilir. Bu çözeltiler cihazda ölçülerek sinyal değerleri alınır. Sinyal değerlerine karşılık doğrusal (genellikle) derişim grafikleri çizilerek her bir metalin kalibrasyon grafikleri türetilir. Daha sonra bilinmeyen numunenin sinyal değeri alınarak bu kalibrasyon grafikleri yardımıyla analit derişimi hesaplanır.

Kalibrasyon eğrisi, analizi yapılan numunenin yapısına göre farklılıklar gösterebileceği unutulmamalıdır. Yapılan analiz sonucunda elde edilen sonuçlara göre çizilen grafiğin üst ve alt sınırları belirlenmeli ve kalibrasyon eğrisinin en alt noktası kullanılan analiz noktasının tayin limiti (LOQ) olarak belirlenir (URL-1, 2020).

Yapılan analizlerin sonucu grafik olarak düzenlenir ve “lineer regresyon formülü” ile grafiğin “korelasyon katsayısı” belirlenir. Bu yapılan hesaplar ile belirlenen ölçüm aralığının doğrusal olup olmadığı tespit edilir. Yapılan çalışmada korelasyon katsayısı 0,99 dan az olmamalıdır.

Yapılan çalışmalar sonucunda korelasyonun lineer olmaması durumunda problemin kaynağına analitik olarak çözüm bulunamıyorsa korelasyon eğrisindeki parametreler en küçük kareler metodu kullanılarak belirlenir (URL-1, 2020).

#### **1.1.3.6. Kesinlik**

Yapılan test veya analizlerin sonucunda elde edilen verilerin kabul edilen gerçek değer veya referans değere yakınlığı literatürde doğruluk olarak ifade edilmektedir (Kızıllı, 2016). Doğruluk iki ana parametreden oluşur. Bu parametrelerden bir tanesi kesinlik parametresidir (Perçin, 2014).

Kesinlik homojen yapıdaki bir örnekten hazırlanmış çok sayıdaki numunenin belirlenmiş şartlarda ayrı ayrı yapılan analizler neticesinde elde edilen sonuçların bir birlerine olan yakınlığının ifadesidir (Karalomlu, 2014). Kesinlik, birbirlerinden bağımsız olarak yapılan analizlerden elde edilen sonuçlar arasındaki tutarlılığı gösteren bir parametredir.

Yapılan analizlerden elde edilen sonuçların kesinlik parametresini dört faktör etkiler. Bunlar; zaman (analizin süresi), cihaza kalibrasyon yapıp yapılmadığı, analizleri yapan kişilerin aynı ya da farklı kişiler olup olmadığı, analizlerde kullanılan ekipmanların aynı olup olmadığı gibi etmenler olup bu faktörlerin değişkenliğine göre de kesinlik parametresinde değişimler olmaktadır (Perçin, 2014).

Kesinlik parametresi tekrarlanabilirlik ve tekrar üretilebilirlik parametreleri adı altında iki kategoride incelenir (Perçin, 2014). Bu incelemeler esnasında kesinliğin tayini “standart sapma (SD)” veya “relatif standart sapma (%RSD)”cinsinden hesaplanır (URL-4, 2020).

#### **a) Tekrarlanabilirlik (Repeatability)**

Tekrarlanabilirlik, bir analiz metodunun aynı ortamda (laboratuvarda), aynı kişi tarafından, aynı cihaz ve kimyasallar kullanılarak kısa sürede uygulanması ile elde edilen sonuçların birbirlerine yakınlığının bir ölçüsüdür (Yumuşak, 2013). Bu çalışma mutlaka gün içerisinde yapılmalıdır (Ertaş,1997). Bu parametre “r” harfi ile ifade edilir. Tekrarlanabilirlik

genellikle %95 güven seviyesinde  $r = 2,8 \times SD_r$  (SD, tekrarlanabilirliğin standart sapması) içinde kalması beklenir (Perçin, 2014).

Tekrarlanabilirlik parametresi için yapılan çalışmada Eurechem rehberine göre en az 10 tekrar, ISO 5725-3 standardına göre en az 15 tekrar yapılmalıdır (URL-1, 2020).

Bu parametre için yapılan analizler sonucunda sapma olup olmadığı istatistiksel testler (Cahrontest, Grubb's testi, Pixots Q testi, horrot testi vb.) ile belirlenir (URL-2, 2020).

Tekrarlanabilirlik parametresi için her tekrar sonucunda standart sapma hesaplanır.

$$SDr = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (1.5)$$

$SDr$  : Tekrarlanabilirliğin standart sapması

$x$  : Ölçüm sonucu

$\bar{x}$  : Ölçüm sonuçlarının ortalaması

$n$  : Ölçüm sayısı

Standart sapmanın ölçümlerin sonucunda bağımsız ve birimsiz bir değer olarak raporlanabilmesi için relatif standart sapması ( $RSDr$ ) hesaplanır (Kafalı, 2008).

$$\%RSDr = \frac{SDr}{X} \cdot 100 \quad (1.6)$$

24.02.2017 Tarihli 29989 nolu Resmi Gazete'de yayınlanan Türk Gıda Kodeksi gıdalarda eser elementler ve bulaşan seviyelerinin resmi kontrolü için numune alma, numune hazırlama ve analiz metodu kriterleri tebliğinde (Tebliğ 2017/7) tavfiye edilen istatistiksel hesaplamalardan biri de Horwitz oranıdır (HorRat oranı) (TGK, 2017)

Türk gıda kodeksinde tavsiye edilen Horwitz oranı veya değeri, basit bir performans parametresi olup analizde kullanılan yöntemin kesinliğinin kabul edilebilirliği hakkında bilgi sahibi olunmasına yardımcı olur. HorRat değeri, Türk Gıda Kodeksi'nin 2017/7 nolu tebliğine göre ikiden küçük olmalıdır. HorRat değeri aşağıdaki formül ile belirlenir. (URL-1, 2020)

$$HorRat = \frac{\%RSDr}{\%HRSDr} \quad (1.7)$$

$$\%HRSDr = 2^{(1-0,5\log C)} \quad (1.8)$$

*HRSDr* :Horrat eşliğinde hesaplanan tekrarlanabilirlik RSD'si

*C* :Konsantrasyonun kütle fonksiyonu

### **b) Tekrarüretilebilirlik (Reproducibility)**

Bir analiz metodunun farklı cihazlarla, farklı laboratuvarlarda, farklı analizcilerle ve farklı zamanlarda uygulanması neticesinde elde edilen sonuçların birbirine olan yakınlığı tekrarüretilebilirliğin ölçüsüdür (Yumuşakbaş, 2013). Tekrarüretilebilirlik parametresi "R" harfi ile ifade edilir. Bu parametrede yapılan tekrarlar arasındaki farkın %95 güven seviyesinde  $R = 2,8 \times SD_R$  arasında kalması istenir (Perçin, 2014).

Eurechem rehberine göre tekrarüretilebilirlik parametresi, laboratuvarlar arası ve laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik olarak 2 farklı kategoride incelenir.

Laboratuvarlar arası tekrarüretilebilirlik, bir numunenin analizinde kullanılan metod farklı laboratuvarlarda, farklı koşullarda, farklı analizciler tarafından uzun zaman diliminde elde edilen analiz sonuçlarının birbirine olan yakınlığının ölçüsüdür.

Laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik; bir numunenin analizinde kullanılan yöntemin aynı laboratuvar içerisinde aynı veya farklı cihazlar kullanılarak, farklı analizcilerle, uzun zaman diliminde uygulanması neticesinde elde edilen sonuçların birbirine olan yakınlığının ölçüsüdür (URL-2, 2020).

Tekrarüretilebilirlik parametresi için yapılan çalışmalarda Eurechem kılavuzunda 10 tekrar yapılması tavsiye edilirken ISO 5725-3 standardında ise en az 15 tekrar yapılması tavsiye edilmektedir (Perçin, 2014).

Tekrarüretilebilirlik parametresi için yapılan analizlerin bütün sonuçlar için ayrı ayrı standart sapması hesaplanır (Kafalı, 2008).

$$SD_R = \sum \sqrt{\frac{(y_1 - y_2)^2}{2n}} \quad (1.9)$$

$SD_R$  = Tekrarüretilebilirliğin standart sapması

$y_1 = A$  koşullarındaki analiz sonuçları

$y_2 = B$  koşullarındaki analiz sonuçları

$n =$  örnek sayısı

Tekrarüretilebilirliğin standart sapması belirlendikten sonra relatif standart sapma hesaplanarak sonuç birimsiz ve konsantrasyondan bağımsız hale getirilir (Perçin, 2014).

Türk Gıda Kadoksinin 2017/7 nolu tebliğinde tavsiye edilen yöntemlerden biri olan Horrat oranı veya değeri belirlenir. Bu değer 2017/7 nolu tebliğe göre 2 altında olmalıdır (URL-1, 2020).

$$HorRat = \frac{\%RSD_R}{\%HRSD_R} \quad (1.10)$$

$$\%HRSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)} \quad (1.11)$$

$HRSD_R =$  HorRat eşitliğinden hesaplanan değer

$C =$  konsantrasyonun kütle fraksiyonu

### 1.1.3.7. Gerçeklik (Sistemik Hata ve Ekleme-Geri Kazanma )

Doğruluğun bir diğer parametresi gerçeklik parametresidir. Çalışması yapılan numunenin analiz sonuçları ile numunede bulunan analitin gerçek miktarı arasındaki yakınlığın bir göstergesidir. Gerçeklik parametresi birbirini tamamlayan iki alt parametreden oluşur (Peçin, 2014):

- ✓ Sistemik hata (Bias)
- ✓ Geri kazanım (Recovery)

Rasgele hata (Random error, RE), her fiziksel ve kimyasal analiz içerisinde oluşabilen, kaynağı tespit edilemeyen, düzeltilemeyen ve kontrol edilemeyen faktörlere bağlı hatalardır. Analizin yapıldığı ortamın sıcaklığı, basıncı ve ortamın nemindeki değişimler, cihazın bulunduğu ortamda meydana gelen titreşimler gibi etmenler rasgele hata kaynaklarından bazılarıdır.

Rasgele hata çok yönlü olarak analiz sonucunda fazla bir değişiklik yapmaz. Yapılan analizin sonuçları gerçek değerden düşük olabileceği gibi yüksek de olabilir. Yapılan

analizlerde tekrar sayısını artırarak rasgele hatadan gelen sonuç değişimleri azaltılabilir (Perçin, 2014).

Gerçeklik parametresinin anlaşılabilmesi için sistematik hata hesabı yapılır. Bias'ın analizinde kullanılan metodun, numunedeki analitin gerçek miktarlarını verebilme kabiliyetini belirtir. Bias hesabında, içerdiği analit miktarları bilinen numuneler kullanılır . Sistematik hatanın tek bir matrishte hesaplanması tüm konsantrasyonlardaki çalışma aralığında metodun aynı bias ile çalıştığı anlamına geldiği için farklı seviyelerde çalışma yapılması gerekmektedir. Validasyon çalışması esnasında farklı analizcilerle çalışılması durumunda her analizci için sistematik hata hesabı yapılmalıdır (URL-1, 2020).

Sistematik hata hesabı aşağıdaki formül ile yapılır.

$$\text{Bias} = \bar{x}_{\text{bulunan}} - x_{\text{SRM}} \quad (1.12)$$

$\bar{x}_{\text{bulunan}}$  : Tekrarlanabilirlik ve tekrarüretilebilirlik koşullarında yapılan ölçüm sonuçlarının ortalaması.

$x_{\text{SRM}}$  : Sertifikalı referans numunesinin sertifikalı değeri

$\bar{x}_{\text{bulunan}}$  ile  $x_{\text{SRM}}$  arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farkın olup olmadığı  $t$ -testi yapılarak anlaşılır. (URL-1, 2020).

$$t_{\text{deneysel}} = \frac{(x_{\text{SRM}} - \bar{x}_{\text{bulunan}}) \sqrt{n}}{\text{SD}} \quad (1.13)$$

$n$  = ölçüm sayısı

$\text{SD}$  = Standart sapma .

$t_{\text{deneysel}}$  değer ile  $t_{\text{kritik}}$  değerler tablosundan serbest derecesi  $(n-1)$  ve güven aralığı kullanılarak bulunan değerle karşılaştırılır.  $t_{\text{deneysel}}$  değeri  $t_{\text{kritik}}$  değerine eşit veya ondan küçük ise değerler arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farkın olmadığına kanaat getirilir (Perçin, 2014).

Kimyasal analizlerde aranan analitin gerçek değerinin belirlenebilmesi analizlerde kullanılan yöntemle bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Kimyasal analiz gerçekleştirilirken yapılan işlemler esnasında çeşitli nedenlerden dolayı aranan analitin

değerinde bazı kayıplar meydana gelir. Bu kayıp miktarının güvenilir sonuç elde edilebilmesi için oransal olarak hesaplanması gerekir. Literatürde bu kayıp miktarına geri kazanım, geri kazanım miktarı veya oranı denir (Kafalı, 2008).

Ekleme/Geri kazanım (Spiked/Recovery) çalışmalarında çıkan sonuçların yasal mevzuatlar veya metod performans verilerinde farklı değerler belirtilmediği sürece %80 - %110 arasında değişimi geri kazanım çalışmalarının başarılı olarak kabul edilmesini sağlar (Perçin, 2014). Ancak metal tayin çalışmalarında genellikle geri kazanım oranlarının %95 - %105 arasında bulunması istenir.

Geri kazanım çalışmaları 3 farklı yöntemle gerçekleştirilebilir (Kafalı, 2008):

(i) Sertifika referans maddenin (SRM) içinde bulunan analit miktarı belli olduğu için yapılan analiz sonucunda elde edilen değerler miktarı belli olan bu değerler ile oranlanarak geri kazanım değerleri belirlenir (Kafalı, 2008).

$$\%GK = \frac{C_{\text{bulunan}}}{C_{\text{SRM}}} \times 100 \quad (1.14)$$

GK : Geri kazanım

$C_{\text{bulunan}}$  : Bulunan değer

$C_{\text{SRM}}$  : Sertifikalı referans madde değeri

(ii) Yükleme (aşılama) ile geri kazanım: Analizi yapılacak numunenin üzerine belli konsantrasyonlarda aranan analiti içeren bir çözeltinin eklenmesi ile gerçekleştirilir (Kafalı, 2008).

$$\%GK = \frac{C_{\text{okunan}}}{C_{\text{eklenen}}} \times 100 \quad (1.15)$$

$C_{\text{eklenen}}$  : Eklenen çözeltinin konsantrasyonu

$C_{\text{okunan}}$  : Okunan değer

(iii) Referans metodik geri kazanım: Analiz yapılacak numunenin daha önceden belirsizliği belirlenmiş analiz yöntemiyle analiz edilerek geri kazanım oranı belirlenir (Kafalı, 2008).

$$\%GK = \frac{C_{bulunan}}{C_{ref}} \times 100 \quad (1.16)$$

$C_{bulunan}$  : Bulunan deęer

$C_{ref}$  : Referans metotla bulunan deęer

#### 1.1.3.8. Saęlamlık

Bir analiz metodunun saęlamlıęı, analiz parametrelerinde meydana gelen küçük ama önemli olan deęişikliklerden etkilenmeden kalabilme yeteneęinin göstergesidir. Örneęin ortamın pH'sındaki deęişmeler, kullanılan cihazın detektöründe meydana gelen hassasiyet deęişimleri, analiz yapıldıęı ortamdaki çeşitli deęişimler vb gibi. Metot saęlamlıęı parametresi aynı veya deęişik laboratuvarlarda, farklı analizciler, farklı kimyasallar kullanarak deęişik zaman aralıęında yapılan çalışmaların deęerlendirilmesi ile hesaplanır (Yerli, 2008; Kafalı, 2008).

#### 1.1.4. Ölçüm Belirsizlięi

Ölçüm biliminin (metroloji) ana ilkelerinden bir tanesi, analizin ne kadar doęru yapıldıęının bilinmesidir. Analiz sonuçlarının doęru bir şekilde deęerlendirilmesi, yapılan analizin sonuçlarının doęruluęuna baęlıdır. Analiz sonuçları, analizden analize farklılık gösterebileceęinden her analiz sonucunda verilen rakamsal deęerlere şüphe ile yaklaşılr. Bu şüphenin giderilebilmesi için analiz sonuçları verilirken ölçülen veya hesaplanan deęerlerin belirli bir güven aralıęında ölçüm belirsizlięi ile birlikte verilmesi gerekir.

Uluslararası temel ve genel metroloji sözlüęü'ne (VIM) göre ölçüm belirsizlięi, yapılan analizin sonuçlarına mantıklı bir şekilde atıfta bulunabilecek bütün deęerlerin daęılımını karakterize eden ve analiz sonuçlarına etkisi olan bir deęişkendir.

Ölçüm belirsizlięi analizin güven düzeyini yansıtan bir parametredir. Ölçüm belirsizlięi analiz sonucunun gerçek deęeri ne ölçüde temsil ettięini gösterir (Perçin, 2014).

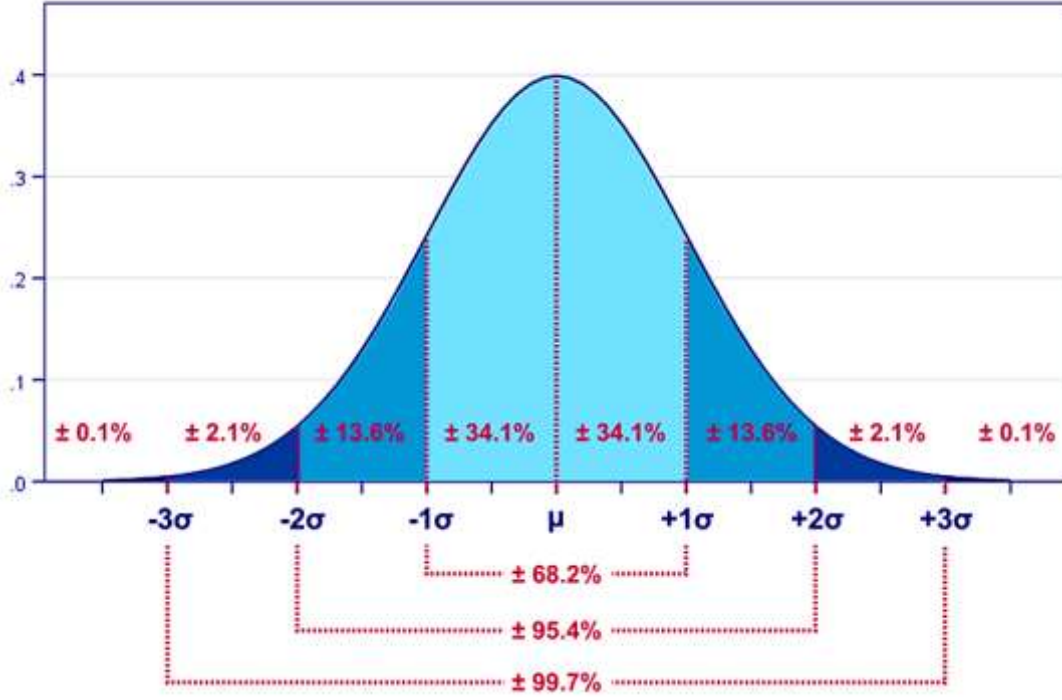
#### 1.1.4.1. Temel Tanımlar

**Sistemik Ölüm Hatası:** Yapılan analizin sonucunu sabit bir şekilde ve belirli bir düzeyde değiştiren, kaynağı belli olan ve hata payı ölçülebilen kesin değere sahip hatalardır (Perçin, 2014).

**Rasgele Ölüm Hatası:** Bütün analizlerden meydana gelen, engellenemeyen ve kontrol edilemeyen etmenlere bağlı olan hatalardır. Analizin yapıldığı ortamın sıcaklığı, basıncındaki ve nemindeki değişimler, analizin yapıldığı cihazın bulunduğu yerde meydana gelen titreşimler vb. faktörlerdir. Rasgele Hata. **A Tipi Ölüm Belirsizliği:** Analiz sonuçlarının istatistiksel verilerle hesaplanabildiği belirsizlik türüdür. Bu tip belirsizliklerin bileşenleri standart sapma olarak nitelendirilir. **B Tipi Ölüm Belirsizliği:** B tipi ölçüm belirsizliği grubuna giren belirsizlik bileşenleri ilgili standart sapmaya yakın olan belirsizlik tipleridir. Kalibrasyon ve referans maddelerin sertifikaları gibi daha önceden belirlenmiş belirsizlik miktarları kullanılarak yapılan belirsizlik hesabı B tipi belirsizlik olarak değerlendirilir. (Perçin, 2014).

**İstatistiksel Dağılım Tipleri;** Üç tip istatistiksel dağılım tipi bulunur.

**a) Normal dağılım (Gauss dağılımı, çan eğrisi):** Bu dağılım tipi aritmetik ortalama ve standart sapma ile ifade edilir. Normal dağılımın tanım aralığı  $-\infty$  ve  $+\infty$  arasındadır. Grafikselle olarak dağılımın aritmetik ortalamanın çevresinde simetrik bir durumdadır. Normal dağılım grafiği Şekil 1.11’de gösterilmiştir (Perçin, 2014).



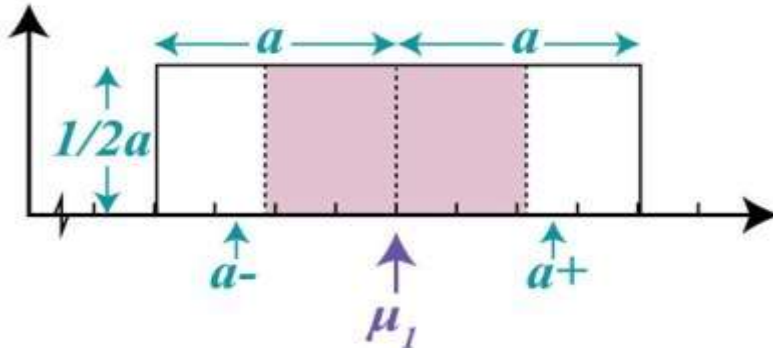
Şekil 1.11. Normal dağılım grafiği

$$U_{(x)} = \frac{a}{z} \quad (1.17)$$

Z = %95 Güven aralığına göre t tablo dağılımı

**Dikdörtgen Dağılımı:** Ölçüm belirsizliği hesaplanması esnasında  $x \pm a$  değeri güven aralığı olmadan verildiği ve elde edilen sonuçların aritmetik ortalamasından uzak olan değerler verilmiş olduğu durumda dikdörtgen dağılım tipi kullanılır (Perçin, 2014).

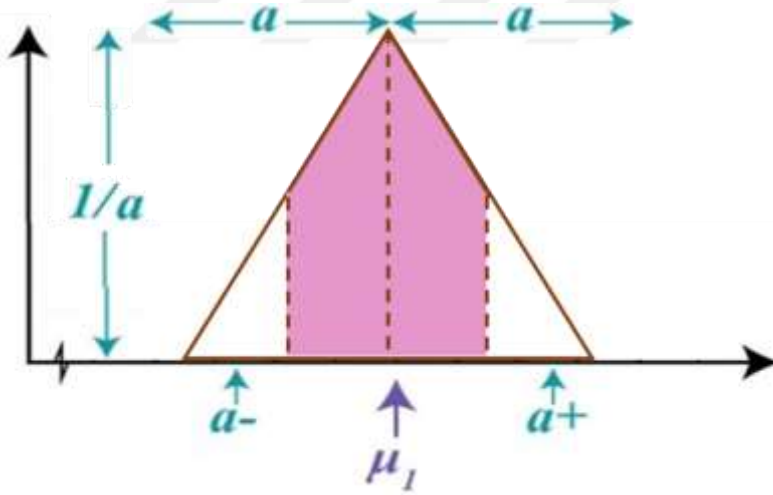
$$V_{(g)} = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (1.18)$$



Şekil 1.12. Dikdörtgen dağılım gafiği

**Üçgen Dağılım;** Ölçüm belirsizliği hesaplanırken  $x \pm a$  değeri güven aralığında olan ve elde edilen sonuçların aritmetik ortalamasına yakın değerler çıkması durumunda üçgen dağılım tipi kullanılır (Perçin, 2014).

$$U_{(x)} = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (1.19)$$

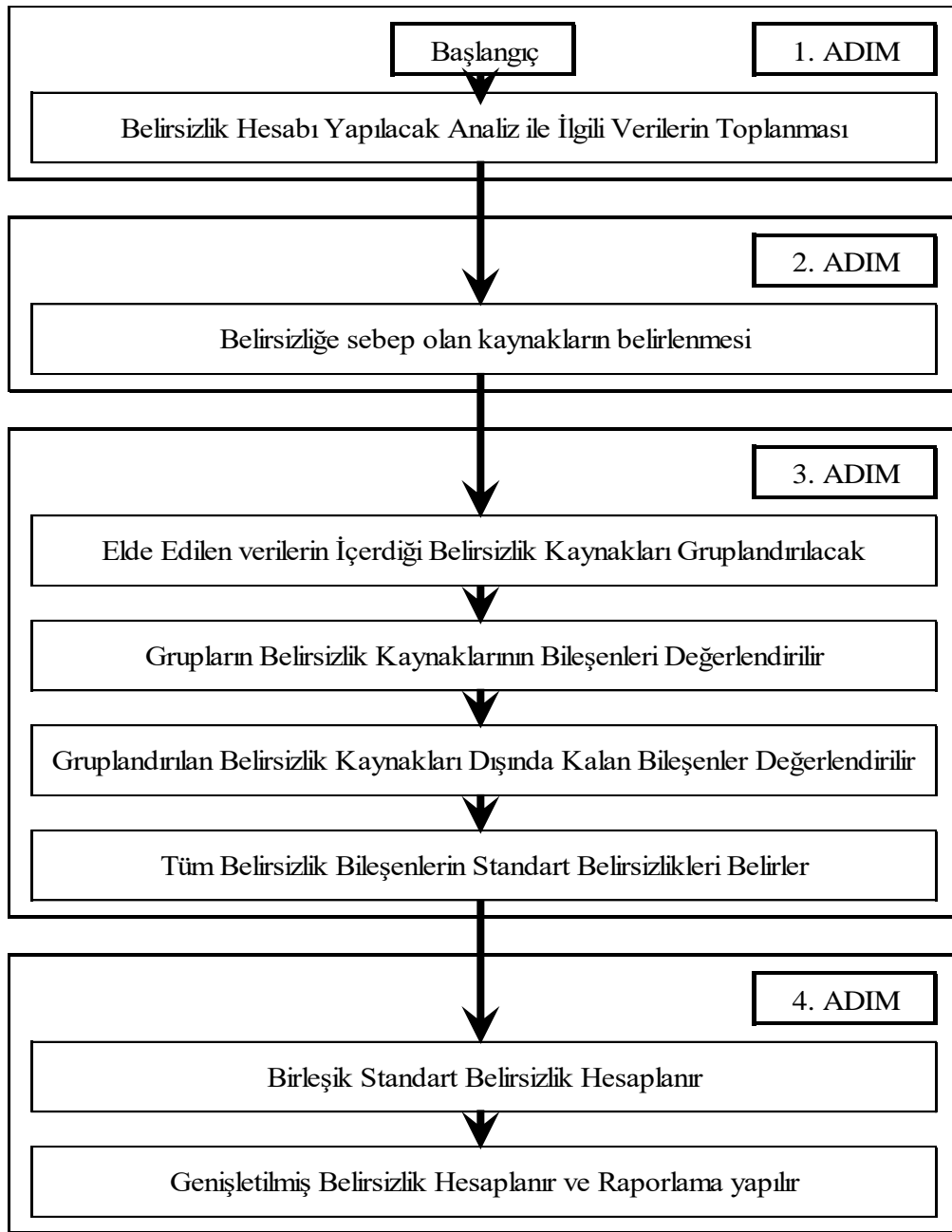


Şekil 1.13. Üçgen dağılım gafiği

### 1.1.4.2. Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Süreci

Bir kimyasal analiz yönteminin ölçüm belirsizliği hesaplanırken gerekli olan hassasiyet düzeyi; analizin yapılaş şartlarına, yasal mevzuatlara, analizin yapılma sebepleri için alınan kararlara dayanan dar kalıplara bağlıdır. Ölçüm belirsizliği hesaplarına başlanmadan önce yapılan analiz yöntemiyle ilgili veriler oluşturularak aşağıda Şema 1’de belirtilen adımlar izlenir (URL- 3, 2020 ).

Şema 1. Ölçüm belirsizliği hesaplamalarında uygulanan adımlar



### **Adım-1**

Ölçüm belirsizliği hesabı yapılacak olan analiz yöntemi için analiz sonuçları, ve hesaplama yöntemleri dikkatli ve detaylıca incelenerek veriler toplanır.

### **Adım-2**

#### **Belirsizliğe sebep olan kaynakların belirlenmesi:**

Belirsizlik kaynakları belirlenirken analiz yöntemini ve analiz sonuçlarını etkileyecek olan tüm değişkenler tespit edilmelidir. Belirsizliğe sebep olan kaynakların ana birimleri ölçüm belirsizliği hesabında kullanılan tüm bileşenler olup bu bileşenlere etkisi olan bütün alt bileşenlere belirsizlik kaynağı olarak bakılır.

### **Adım-3**

**Elde Edilen Verilerin İçerdiği Belirsizlik Kaynaklarının Gruplara Ayrılması;** Adım-2’de belirlenen belirsizlik kaynakları gruplara ayrılarak ayrı ayrı değerlendirilir. Örneğin, bir ara bileşen olan pipet için sıcaklık, pipetin kalibrasyonu ve pipet kullanılarak yapılan analiz çalışmalarının tekrarlanabilirliği alt bileşenleridir. Bu ana bileşen ve alt bileşenler bir grup olarak görülerek sonuçlar ona göre değerlendirilir.

Gruplara ayrılan bütün belirsizlik kaynaklarının belirsizlik değerleri, standart sapmalarının dağılım türleri üçgensel veya dikdörtkentsel dağılım olmasına göre, yapılan analizde kullanım sıklığına, analistin yaptığı tekrarlanabilirlik ve tekrarüretilebilirlik çalışmalarının sonuçlarına göre alt bileşenleriyle bir araya getirilir.

Gruplandırılmanın sonucunda grup dışında kalan belirsizlik kaynağı kalması durumunda bu kaynaklar da hesaplama katılmalıdır.

Gruplandırması yapılan bu belirsizlik kaynağı gruplarının ayrı ayrı standart sapmaları veya belirsizlikleri (U) hesaplanır.

### **Adım-4**

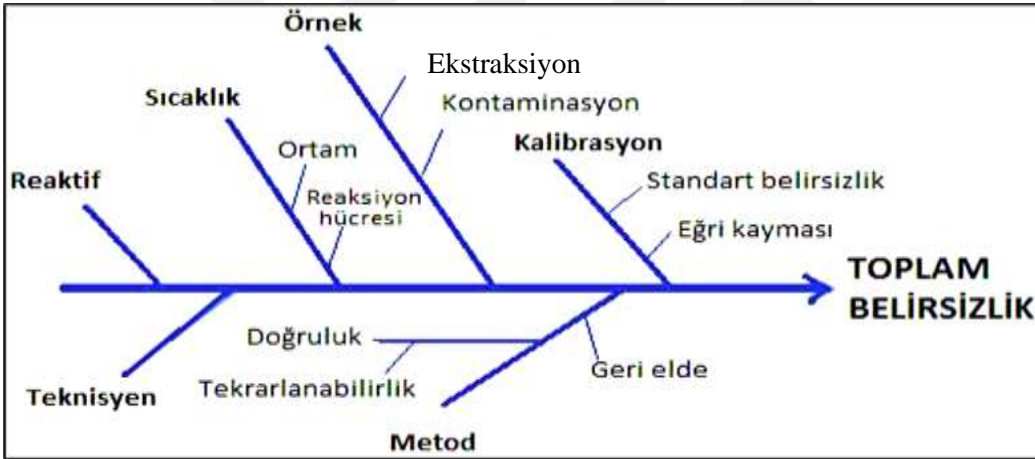
**Birleşik Belirsizlik Hesabı:** Birleşik belirsizlik hesabı Adım-3’de gruplandırılan belirsizlik kaynağı gruplarının standart sapmaları veya belirsizliklerin bir araya getirilmesiyle oluşturulur. Standart birleşik belirsizliği ve relatif belirsizliği de kapsayacak şekilde hesaplanan belirsizlik tablolaştırılır ve grafik haline getirilir.

Hesaplanarak tablolaştırılan ve grafik olarak çizilen birleştirilmiş standart belirsizliğe bağlı genişletilmiş belirsizliği hesaplayabilmek için güven aralığı eklenerek sonuçlar raporlanır (URL-3, 2020).

### 1.1.4.3. Belirsizlik Kaynaklarının Belirlenmesi

Ölçüm belirsizliği çalışmalarının önemli basamaklarından bir tanesi, belirsizliğe sebep olacak kaynakların belirlenebilmesidir. Analizlerin yapıldığı ortamda ölçüm belirsizliğine sebep olan bir çok kaynak vardır. Kaynakların belirlenmesindeki amaç bu kaynakların bir liste haline getirilmesi veya balık kılıçığı diyagramının hazırlanmasıdır. Bu liste ile ilgili tüm parametreler, tekrarlayan ve etkisi bulunan bütün parametreler eklenir.(Kütükçü, 2018; URL-3, 2020).

Ölçüm belirsizliği parametrelerinin hesaplamasında en çok kullanılan kaynak-etki analizinden bir tanesi de ishikawa veya balık kılıçığı diyagramıdır (Şekil 1.14). Bu diyagram hem tek düzeyde değerlendirilecek belirsizlik kaynaklarının gruplandırılmasını hem de terimlerin tekrarlanmasını engelleyerek daha basit bir ölçüm belirsizliği bileşenlerinin hesaplanmasını sağlar (URL-3, 2020; Kütükçü, 2018).



Şekil 1.14. Balık kılıçığı grafiği: Belirsizlik kaynaklarının neden sonuç diyagramı

Balık kılıçığı diyagramı kullanılarak gruplandırılan belirsizlik kaynaklarının etkileri ayrı ayrı hesaplanır. Ölçüm belirsizliği başlıca kaynakları aşağıda verilmiştir:

- ✓ Numunenin etkisi (homojen/homojen olmayan numune)
- ✓ Numune saklama şartlarından kaynaklı belirsizlik,
- ✓ Kullanılan ekipman ve ekipmanların kalibrasyonundan kaynaklı belirsizlik,
- ✓ Analizden kaynaklı belirsizlik,
- ✓ Analiz ve yapıldığı ortamın koşullarından kaynaklı belirsizlik,
- ✓ Kalıcı rasgele ve sistematik hatadan kaynaklı belirsizlik,

#### 1.1.4.4. Belirsizlik Kaynaklarından Gelen Belirsizliklerin Hesaplanması

Tespit edilen belirsizlik kaynakları ayrı ayrı incelenerek her birinin belirsizliğe olan katkılarının boyutu analiz edilir. Yapılan analize göre belirsizlik kaynakları gruplara ayrılarak değerlendirilmesi yapılır. Değerlendirme yapıldıktan sonra gruplandırılan belirsizlik kaynaklarının belirsizlikleri, standart sapmaları ve dağılım tipleri belirlenir. Grupların dışında kalan, belirsizlik kaynağı olarak görülen belirsizlik kaynaklarının etkileri, boyutları hesaplanır, değerlendirilir. Gruplara ayrılan ve grup dışında kalan belirsizlik kaynaklarının birbirine eklenebilmesi için bir birime çevrilmesi gerekir. Bu ortak birime “Standart Belirsizlik” denir (Kafalı, 2008; Bilgin, 2017).

Standart belirsizlik hesaplarında A tipi belirsizlik kullanılacaksa Formül 1.20 kullanılır.

$$U_{(x)} = \frac{sd}{\sqrt{n}} \quad (1.20)$$

$U_{(x)}$  : Belirsizlik

$n$  : Tekrar sayısı

$sd$  : Standart sapma

B tipi belirsizlik kullanılacaksa daha önce belirlenen standart sapmanın istatistiksel dağılım şekline bakılarak hesapla yapılır (Bilgin, 2017)

#### 1.1.4.5. Birleştirilmiş Standart Belirsizlik

Birleştirilmiş standart belirsizlik, ayrı ayrı hesaplanan belirsizlik kaynaklarının standart belirsizliklerinin bir araya getirilmesinden oluşmaktadır. Birleştirilmiş standart belirsizlik iki farklı yöntem ile hesaplanır.

**Belirsizliğe Sebep Olan Kaynakların Belirsizlik Değerleri Kullanılarak Hesaplama:** Belirsizliğe sebep olan bütün belirsizlik kaynaklarının ayrı ayrı belirsizlik değerleri hesaplandıktan sonra bunların birleştirilmesiyle elde edilen birleştirilmiş belirsizlik yöntemidir (Olpak, 2012).

$$U_{(x)(birleştirilmiş)} = \sqrt{(u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + \dots + u_n^2)} \quad (1.21)$$

Eğer ayrı ayrı hesaplanan belirsizlik kaynaklarının standart belirsizlikleri farklı birimler içeriyorsa relatif standart sapmaları üzerinden hesaplama yapılır (Perçin, 2014).

$$U_{(x)(birleştirmiş)} = \sqrt{(RSD_1^2 + RSD_1^2 + RSD_1^2 + \dots + RSD_n^2)} \quad (1.22)$$

**Validasyon Çalışmaları Yapılmış Analiz Yönteminin Validasyon Çalışmalarına Ait Sonuçların Kullanılarak Belirsizlik Hesaplama Yöntemi:** Ölçüm belirsizliği hesaplamaları yapılmadan önce validasyon çalışmaları yapılmış bir analiz yöntemin kalibrasyon eğrisi (Doğrusallık), kesinlik, gerçeklik, standart sapma ve bu parametrelere dahil olmayan, ancak analiz performansına etki eden faktörler yardımıyla belirsizlik hesaplamasının yapıldığı yöntemdir (Olpak, 2012).

Validasyon parametrelerinde kesinlik parametresi iki bileşenden oluşur Bunlar, Tekrar üretilebilirlik ve Tekrarlanabilirlik bileşenleridir.

**a) Tekrarlanabilirlik Verilerinden Gelen Belirsizlik;**

Tekrarlanabilirlik; aynı laboratuvarında, aynı analiz yöntemi, aynı numune, aynı analizci ve aynı ekipman ile kısa süre zarfında yapılan ölçüm sonuçlarının arasındaki farkın ölçüsüdür. Hesaplanan tekrarlanabilirlik parametresinin standart sapmaları birleştirilerek tek bir standart sapma değeri oluşturulur. Bu birleştirme işleminin hesabı konsantrasyon ve örnek miktarına göre değişir (URL-3, 2020).

- Çoklu matris tek konsantrasyon içeren çalışmalar (URL-3, 2020):

$$SD_{birleşik} = \sqrt{\frac{(n_1 - 1) \cdot SD_1^2 + (n_2 - 1) \cdot SD_2^2 + \dots + (n_n - 1) \cdot SD_n^2}{(n_1 - 1) + (n_2 - 1) + \dots + (n_n - 1)}} \quad (1.23)$$

Tek matris çoklu konsantrasyon içeren çalışmalar (URL-3, 2020):

$$RSD_{(birleşik)} = \sqrt{\frac{(n_1 - 1) \cdot RSD_1^2 + (n_2 - 1) \cdot RSD_2^2 + \dots + (n_n - 1) \cdot RSD_n^2}{(n_1 - 1) + (n_2 - 1) + \dots + (n_n - 1)}} \quad (1.24)$$

## b) Laboratuvar İçi Tekrarüretilebilirlik Verilerinden Gelen Belirsizlik

Belirli bir zaman aralığında farklı analizciler ile yapılan analizlerin birbirine olan yakınlığına laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik adı verilir. Tekrarüretilebilirlik çalışmasından gelen belirsizliğin hesaplanmasında validasyon çalışmalarından elde edilen veriler kullanılarak  $RSD_R$  hesaplanır. Hesaplanan bu değerler Formül 1.24 ile birleştirilerek  $RSD_{R(birleşik)}$  değeri bulunur. Bu değer tekrarüretilebilirliğin standart belirsizliğine eşittir (URL-4, 2020).

## c) Gerçeklik Verilerinden Gelen Belirsizliğin Hesaplanması

Bir numunenin geri kazanım ( $R$ ) değeri üç bileşenden oluşmaktadır.

- $\bar{R}_m$ , Sertifikalı referans madde (SRM) veya dışardan standart eklemeyele kirletilen numunenin analizinden elde edilen sonucun ortalaması olarak hesaplanır.  $\bar{R}_m$  verilerinden gelen belirsizlik, sertifikalı referans madde veya dışarıdan eklenen standarttan gelen belirsizlik ve cihazdan okunan değerlerdeki belirsizliğin bileşimidir.

- $R_{rep}$ , geri alma çalışmasında gerçek numune içerisinde aranan analitin, kirletilmiş numune içerisinde bulunan analite göre farklı bir şekilde hareket edebileceği ihtimali göz önünde bulundurularak yapılan doğrulama faktörüdür.

- $R_S$ ,  $R_m$ 'yi hesaplamak için kullanılan sertifikalı referans madde veya aranan analiti içeren kirletilmiş numunenin geri alma çalışmalarında gözlenen geri kazanıma karşılık olarak farklı bir örnekten elde edilen geri kazanımdaki farklılıkların hesaplanabilmesi için kullanılan düzeltme faktörüdür.

Bir numunenin geri alma çalışmalarının sonucu bu üç değerın çarpımı ile elde edilir (URL-3, 2020).

$$R = \bar{R}_m \times R_S \times R_{rep} \quad (1.25)$$

Farklı yöntemlerle gerçekleştirilen geri kazanım çalışmalarının sonucu formül 1.26 ile elde edilir.

$$R = R_m + R_S + R_{rep} \quad (1.26)$$

Geri alma çalışmalarının sonucu hesaplanırken genellikle  $R_S$  ve  $R_{Ref}$  faktörleri 1'e eşit olarak kabul edildiği için  $R = \bar{R}_m$  olarak kabul edilir. Geri kazanım çalışmalarından gelen belirsizlik aşağıdaki Formül 1.27 ve 1.28 ile verilir (URL-3, 2020):

$$U(R) = R \sqrt{\left(\frac{U(\bar{R}_m)}{R_m}\right)^2 + \left(\frac{U(R_S)}{R_S}\right)^2 + \left(\frac{U(R_{Rep})}{R_{Rep}}\right)^2} \quad (1.27)$$

$R_S = \bar{R}_m = 1$  kabul edilerek;

$$U(R) = \bar{R}_m \sqrt{\left(\frac{U(\bar{R}_m)}{\bar{R}_m}\right)^2 + (U(R)_S)^2 + (U(R_{Rep}))^2} \quad (1.28)$$

#### d) Diğer Belirsizlik Kaynaklarından Gelen Belirsizlikler

Ölçüm belirsizliği hesaplanmasında gerçeklik ve kesinlik parametrelerinden gelen belirsizlikler yeterli olmayabilir. Bu durumda kesinlik ve gerçeklik dışında kalan belirsizlik kaynakları da tespit edilip, incelenip değerlendirilir. Kesinlik ve gerçeklik dışında kalan diğer belirsizlik kaynakları şunlardır (URL-3, 2020):

- Hazırlanan standartların saflığı,
- Standartların hazırlanışı esnasında kullanılan malzemelerin (pipet, balonjoje, mezur gibi.) kalibrasyonu.
- Kullanılan cihazın kalibrasyon eğrisi;

$$U_{(kalibrasyon)} = \frac{S}{B_1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_o - c)^2}{S_{xx}}} \quad (1.29)$$

$S$  : Residual standart sapması,

$B_1$  : Kalibrasyon eğimi,

$P$  : Numune ölçümü için okuma sayısı,

$N$  : Kalibrasyon için yapılan ölçüm sayısı,

$C_o$  : Analiz edilen standart çözeltinin değişimi,

$C$  : Kalibrasyon için kullanılan standart çözeltilerin deęişimin ortalaması

$$S_{xx} = \sum_{i=1}^n (C_i - C)^2 \quad (1.30)$$

Hesaplanan belirsizlik kaynaklarının belirsizlik deęerlerini kullanarak ařaęıdaki durumlara gre formle yerleřtirilerek birleřik standart belirsizlik hesaplanır (Olpak, 2012; (URL-3, 2020).

✓ Standart belirsizlik aynı birimde ise;

$$U_{(Birleřtirilmiř)} = \sqrt{u_1^2 + u_1^2 \dots u_n^2} \quad (1.31)$$

✓ Belirsizlikler farklı birimlerde ise;

$$U_{(Birleřtirilmiř)} = \sqrt{RSD_1^2 + RSD_1^2 \dots RSD_n^2} \quad (1.32)$$

#### 1.1.4.6. Geniřletilmiř Belirsizlik

Geniřletilmiř belirsizlik hesaplanırken, birleřtirilmiř standart belirsizlik uygun bir kapsama faktrnn ( $k$ ) çarpımıyla elde edilir. Birleřtirilmiř standart belirsizlik  $U(x)$  ile ifade edilir. (Perçin, 2014; URL-3, 2020)

$$U_x = k \cdot U_{(x)} \quad (1.33)$$

Kapsam faktr " $k$ " toplam (birleřtirilmiř) standart belirsizlięin geniřletilmiř belirsizlięe dnřtrlmesini saęlayan sayısal deęerdir. Bu sayısal deęer %68 gven aralıęında  $k=1$ , %95 gven aralıęında  $k=2$  iken, %99,6 gven aralıęında  $k=3$  olarak alınır (Perçin, 2014).

#### 1.1.4.7. Belirsizlięin Raporlanması

Yapılan lçm belirsizlięi hesaplaması sonunda belirlenen ( $U_x$ ) birimsizdir ve analiz sonucu rapor edilirken lçm belirsizlięi iki farklı řekilde rapor edilir (Perçin, 2014; Ktkç, 2018):

- a) Analiz sonucu  $\pm$  belirsizlik değeri (Referans olan aralık değeri),
- b) Analiz sonucu  $\pm$  belirsizlik yüzdesi (Referans alınan aralık değeri)

EA (European accreditation) rehberine göre analiz sonuçlarının bu tarz bir raporlama şeklinin laboratuvar çalışmalarında sağladığı avantajların bazıları şu şekilde belirtilebilir (Kütükçü, 2018 ):

- ✓ Bu tarz raporlama, yani ölçüm belirsizliğinin analiz sonuçlarında gösterilmesi, analiz sonuçlarının güvenilirliğinin ve risk düzeyinin üzerinde nicel bir etkisi vardır.
- ✓ Bu şekilde bir raporlama analiz sonucuna değer kazandırırken analizin yapıldığı laboratuvarın alanında üstünlük kazandırır.
- ✓ Yapılan analizin ölçüm belirsizliği sonuçları değerlendirilerek analiz projesinin laboratuvar tarafından optimum düzeye getirilmesine faydası vardır.
- ✓ Ürün belgelendirme, yani akredite kuruluşların analiz sonuçlarına ilişkin belirsizlik değerlerine ihtiyaç olduğu için yapılan belirsizlik hesapları son derece önemlidir.
- ✓ Ölçüm belirsizliği hesaplamaları aşamasında belirlenen belirsizlik kaynakları arasında analiz sonucuna etkisi olmayan analizlerin tespiti ile laboratuvardaki kalibrasyon faaliyetlerinin gereksiz yere uygulanmasının önüne geçilir.

## 1.2. Önceki Çalışmalar

Bu tez kapsamında, Gümüşhane Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Gıda Mühendisliği laboratuvarında bulunan Mikrodalga Plazma-Atomik Emisyon Spektrometre (MP-AES) cihazı (Agilent 4200 model) kullanılarak piyasada satılan çeşitli gıda numunelerinin içerdiği bazı mineral element ve ağır metal analizleri gerçekleştirilerek validasyon çalışmaları ve ölçüm belirsizliği hesaplamaları yapılmıştır. Yapılması planlanan bu çalışma ile ilgili benzer çalışmalara literatürde rastlanmaktadır. Bu çalışmalara bazı örnekler aşağıda verilmiştir:

Tanak (2006) yaptığı bir çalışmada, ağır metal kirliliğine neden olarak düşünülen etkenlerin minimum seviyede bulunduğu kırsal ve maksimum seviyede bulunduğu yoğun trafik ve endüstriyel etkinliklerin olduğu yerleşim bölgelerindeki bazı sebzelerde (marul, maydanoz, kara lahana ve kırçan) bulunan ağır metal miktarların tayin etmiştir. Bu analiz sonucunda bitkilerden Cu, Mn, Ni, Zn ve derişimleri, her bir bitkiden üçer numune alarak alevli atomik absorpsiyon spektroskopisinde saptanmıştır. Elde edilen veriler doğrultusunda endüstriyel bölgelerin çevreye ağır metal yaydıklarını ancak çalışılan bitkilerde tespit edilen ağır metal miktarlarının literatür ve resmi değerleri aşmadığı sonucuna varmıştır.

Soylu (2011), yaptığı bir çalışmada, Samsun'da sanayi emisyonlarının yöre sığır sütlerinin ağır metal içeriğine etkisini araştırılmıştır. Bu kapsamda Samsun İli Tekkeköy ilçesinden temin edilen sütlerde bakır, mangan, demir, çinko, kurşun, kadmiyum, nikel, arsenik ve krom düzeylerini belirlemek için hayvanların taze yemle beslendiği yaz döneminde ve kuru yem ile beslendiği kış döneminde çiğ süt numuneleri toplanmış ve ilgi ağır metalleri ICP-MS cihazı ile tayin etmiştir. Belirlenen bu veriler, literatürdeki değerler ve standart limitler ile karşılaştırılarak araştırma bölgesinde kurşun, bakır, çinko, nikel metallerinin limitlerin üzerinde olduğu sonucuna varmıştır.

Büyükkurgancı (2011) yaptığı bir çalışmada, Marmara Denizi Gemlik Körfezi'nden 2010 yılı Mart ayından 2011 yılı Mart ayına kadar aylık periyotlarla, bölgede avlanan balıkçılardan alınan Barbunya (*Mullus barbatus*), Dil (*Solea vulgaris*), Gümüş (*Atherina boyeri*), Hamsi (*Engraulis encrasicolus*), İstavrit (*Trachurus mediterraneus*), İzmarit (*Spicara maena maena*), Kırlangıç (*Trigla lucerna*), Mezgit (*Merlangius merlangus euxinus*), Sardalya (*Sardinella maderensis*) ve Zargana (*Belone belone*) gibi ekonomik balık türlerinin solungaç ve kas dokularında biriken Pb ve Cd düzeylerini araştırmıştır. Alevli atomik absorpsiyon spektrometresi kullanılarak yapılan araştırma sonucunda toplanan balık numunelerindeki kurşun ve kadmiyum değerleri belirlenmiştir. Elde edilen veriler incelendiğinde kurşun ve kadmiyum seviyelerinin pek çok ayda tolere edilebilir değerleri aştığını tespit etmiştir.

İnce (2012)'nin; yaptığı bir çalışmada özellikle Orta Karadeniz'de normal yemekleri dışında haşlandıktan sonra yağ ile kavurması yapılarak tüketilen Samsun ilinde yetistirilen ıspanak (*Spinacia oleracea*), pırasa (*Allium porrum*), ayşekadın fasulye (*Phaseolus vulgaris*), sirken (*Chenopodium album*) ve kazayağı (*Oenanthe pimpinelloides* L.) bitkilerinin ısıtma işlemi (haşlama) sonrası ağır metal içeriklerini araştırmıştır. Analizi yapılan bitkilerde bulunan Fe, Mn, Cu, Zn miktarları alevli atomik absorpsiyon spektroskopisi ile belirlenmiştir. Elde ettiği bu verileri literatür değerleri ile karşılaştırdığında pırasa ve ıspanak dışındaki diğer bitkilerin ağır metal içeriklerinin yüksek olduğunu tespit etmiştir.

Aydoğan (2013) yaptığı bir çalışmada, Edirne İli sınırları içerisinde bulunan merkez dahil her ilçeden olmak üzere tarımsal amaçla kullanılan sulama suyu kaynaklarının kalitelerini ve bazı ağır metal içeriklerini belirlemiştir. Su örnekleri Ekim ve Mayıs aylarında olmak üzere iki dönemde 25'er kaynaktan toplam 50 adet alarak araştırılan örneklerin genelde pH yönünden "kullanılabilir" sulama suyu sınıfına girdiğini, su örneklerinin genellikle orta ve yüksek tuz konsantrasyonuna sahip sular olduğunu ve ICP-OES ile yapılan

ağır metal analizlerinden elde edilen verilerin resmi değerler ile karşılaştırılması sonucunda sulama sularında izin verilebilen maksimum ağır metal ve toksik elementlerin değerlendirilmesine göre; Fe ve B değerlerinin sulama suyu sınır değerlerini aşmadığı, diğer parametrelerin ise (Cu, Zn, Mo, Ni, Pb, Cr, Co, Cd) genelde aştığını tespit etmiştir.

Tekin (2014) gerçekleştirdiği bir çalışmada, Türkiye’de üretilerek piyasaya sunulan farklı üreticilere ait 12 adet üzüm sirkesi ve 8 adet elma sirkesinin genel özellikleri (pH, toplam asitlik, toplam kuru madde, kül miktarı, kalıntı alkol içeriği, asetil metil karbinol testi) ve indüktif eşleşmiş plazma-kütle spektrometresi (ICP-MS) ile ağır metal düzeylerini (Fe, Cu, Pb, Zn, As, Hg, Sn ve Cd) belirlemiştir. Yaptığı analizler sonucunda Elma ve üzüm sirkesi örneklerinin toplam asitlik, kalıntı alkol içeriği ve asetil metil karbinol testi yönünden TS 1880 EN 13188 numaralı “Sirke-Tarım Kökenli Sıvılardan Elde Edilen Ürün-Tarifler-Özellikler, İşaretleme” adlı standarda uygun olduğu sonucuna varmıştır. İndüktif eşleşmiş plazma-kütle spektrometresi (ICP-MS) ile yapılan ağır metal analizleri sonucu üzüm sirkesi örneklerinde ortalama olarak bakır miktarı 89.59 µg/L, çinko miktarı 206.25 µg/L, arsenik miktarı 34.32 µg/L, kurşun miktarı 10.52 µg/L ve demir miktarı ise 3767.27 µg/L olarak tespit etmiştir. Elma sirkesi örneklerinde ise ortalama olarak bakır miktarı 123.05 µg/L, çinko miktarı 254.41 µg/L, arsenik miktarı 20.86 µg/L, kurşun miktarı 12.07 µg/L ve demir miktarı ise 1753.88 µg/L olarak tespit etmiştir. Elma ve üzüm sirkesi örneklerinin tamamında kadmiyum, kalay ve civa miktarları ölçüm limitinin altında olduğu sonucuna varmıştır.

Yılmaz (2014), yapmış olduğu çalışmada, Hatay bölgesinde marketlerde satılan kahve örnekleri içeriğinde bulunan elementleri analiz etmiştir. Elementel analiz olarak aynı örnek ve elementler karşılaştırıldığında ICP-MS’in bazı sonuçlarda MP-AES’e bazı üstünlükleri olduğunu tespit etmiştir. Cihazlar kıyaslandığında aranan eser miktarlar için veya numune seyreltik ise bu tür düşük konsantrasyonlar için ICP-MS’in daha uygun olduğunu tespit etmiştir. Konsantre numunelerde ise MP-AES analizlerini tercih edilebileceğini bildirmiştir.

Akar (2015) yaptığı bir çalışmada, Gaziantep bölgesinde beş farklı ilçeden (Şahinbey, Karkamış, Şehitkamil, Yavuzeli ve İslahiye) 11-12 ay yaşta, İvesi ırkı sağlıklı hayvanlar belirlenip her bir ilçeden 12 erkek, 12 dişi olmak üzere 24, il genelinde toplam 120 adet kan örnekleri toplanıp serumda bakır, çinko ve magnezyum düzeyleri belirlendi. Kan serumunda mineral düzeylerinin belirlenmesi için serum örnekleri ön işlem olarak yaş yakılıp, seyretildikten sonra Mikrodalga Plazma Atomik Emisyon Spektrometresinde okutmuştur (Agilent Teknolojies 4100 MP-AES). Bölgedeki İvesi ırkı toklularda serum bakır ve çinko düzeyleri Türkiye’de yapılan araştırma sonuçları ve literatürlerde belirtilen

değerler göz önüne alındığında bölgenin genel ortalamasının kritik sınırların altında olduğu ve özellikle meraya dayalı beslemede bu iki önemli mineralin eksikliğinin hayvanların büyüme, üreme, verim ve fizyolojik faaliyetlerini olumsuz etkileyeceği düşünülmektedir. Gaziantep bölgesinde yapılan araştırmanın serum magnezyum düzeyi sonuçları Türkiye’de yapılan araştırma sonuçları ve literatür bilgilerindeki sonuçlar ile benzerlik göstermekte olup hayvanlarda magnezyum eksikliğinin bulunmadığını tespit etmiştir. Bu tespitlerin ışığında bölgede toprak ve bitki örtüsünde bakır ve çinkonun yetersiz olabileceği kanaatine varılmıştır.

Yumuşakbaş (2013) yaptığı bir çalışmada, Malatyanın farklı yörelerinde yetiştirilen bazı kırmızı renkli meyvelerin (çilek, kiraz, üzüm) toplam element içeriklerini ICP-OES (indüktif eşleşmiş plazma optik emisyon spektrometre) ile tayini ve yöntemin validasyonunu gerçekleştirmiştir. Malatyada kırmızı meyve yetiştiriciliği yapılan yeşil yurt, kale ve Arapgir ilçelerinden meyve, toprak ve yaprak numuneleri toplanarak yapılan analizler sonucunda kiraz bahçelerinin meyve, yaprak ve toprak örneklerinin kalsiyum ve potasyum içeriklerinin istenilen değerler içinde olduğunu tespit etmiştir. Üzüm meyvesinin K: 2644 mg/kg, Mg: 198,38 mg/kg ve çilek meyvesinin K: 3242 mg/kg, Mg: 753,903 mg/kg olarak tespit etmiştir. Bu değerler sonucuna göre bahçelerin belirtilen sınır değerler üzerinde K ve Mg içerdiği sonucuna varmıştır.

Perçin (2014) yaptığı bir çalışmada; buğday, soya, mısır, ay çekirdeği, fındık ve sertifikalı referans madde (SRM) numuneleri kullanarak, AACC (Amerikan Klinik Kimya Birliği) 46-12 ham protein analiz metodunun ve TS EN ISO (International Organization for Standardization) 712 tahıl ve tahıl ürünleri rutubet tayini analiz metodunun laboratuvarında geçerli kılınması için validasyon, verifikasyon ve ölçüm belirsizliğinin hesaplanmalarını yapmıştır. Yapılan validasyon çalışması sonucu AACC 46-12 ham protein analiz metodunun ilgili validasyon parametrelerine ve yapılan verifikasyon çalışması sonucu TS EN ISO 712 Tahıl ve tahıl ürünleri rutubet muhtevası metodunun ilgili verifikasyon parametrelerine uygunluğu değerlendirilerek Samsun Ticaret Borsası Gıda Kontrol Laboratuvarında geçerli kılmıştır. Samsun Ticaret Borsasında buğday, soya, mısır, ay çekirdeği, fındık ve FAPAS tahıl numunelerinde AACC 46-12 ham protein analiz metodu kullanılarak yapılan protein analiz sonuçları ve TS EN ISO 712 Tahıl ve tahıl ürünleri rutubet muhtevası metodu kullanılarak yapılan rutubet analizi sonuçları uluslararası alanda geçerliliği olan ve doğruluğu kanıtlanmış sonuçlardır.

Kızıl (2016) yaptığı bir çalışmada, Ultra Yüksek Basınçlı Sıvı Kromatografisi-Tandem KütleSpektrometresi (UHPLC-MS/MS) cihazı kullanarak karbamat sınıfındaki pestisitlerden olan aldicarb, carbofuran, pirimicarb ve thiophonate-metil pestisitlerinin belirli bir süre ve farklı sıcaklıklarda metabolitlerine dönüşümlerini incelemiştir. Bu bağlamda içeriğinde pestisit etken maddesi olmadığı bilinen domates numunesine, belirli bir konsantrasyonda araştırma konusu olan pestisit karışımından enjekte etmiştir. Bu pestisitler ve pestisit metabolitlerinin tespiti için metot geliştirilmiştir. Ayrıca geliştirilen metodun ölçüm sonuçlarının doğru, tekrarlanabilir ve ulusal ve uluslararası boyutta karşılaştırılabilir olması için validasyon çalışması yapılmıştır. Cihaz parametreleri; piklerin ayrımını, şiddetini, alıkonulma süresini en uygun sonuçların elde edildiği değerleri gerçekleştirebilecek şekilde belirlenmiştir. Metodun doğruluğunu ve güvenilirliğini sağlamak için metot validasyonu çalışması yapılmıştır. Sonuçlar, uluslararası direktiflere uygun bulunmuştur.

Çalışkan (2016) yaptığı bir çalışmasında askorbik asit, diosmin, hesperidin aktif etken maddelerini içeren farmasotik formülasyonda askorbik asit miktarının tayin edilmesi için hızlı ve basit bir sıvı kromatografi yöntemi belirlenmiştir. Fosfat Tamponu (pH 3,3) ve Asetonitrilden (95:5 v/v) oluşan mobil faz ile birlikte Inertsil ODS-3V (250×4,6 mm, 5µm) kolon kullanılarak izokratik bir elüsyonla 4 dakika içerisinde 1,0 ml/dk akış hızı, 25°C' lik numune sıcaklığı ve 50 µl enjeksiyon hacmi ile 210 nm dalga boyunda askorbik asit tayin edilmiştir. Yöntem 4,4-31,1 µg/ml konsantrasyon aralığında lineer bir profil göstermiştir. Standart çözeltinin 6 enjeksiyonundan elde edilen pik alanları arasındaki RSD değeri %0,02, ortalama geri kazanım değeri ise %99,30 olarak tespit edilmiştir. Çabuk bozunabilen askorbik asidin bu yöntemle kısa sürede ve güvenilir sonuç vererek farklı farmasotik formülasyonlar için de endüstriyel olarak kullanılabilmesi belirlenmiştir.

Suiçer (2017) yaptığı bir çalışmasında, kas ve iskelet sistemi tedavilerinde kullanılan ilaçlarda bulunan Tiyokolşikosid, Etodolak ve Famotidin'in birarada analizi için geliştirilen HPLC yönteminin analitik yöntem validasyonunu yapmıştır. Geliştirilen HPLC yönteminin doğrusallık, doğruluk, tekrarlanabilirlik, geri kazanım, çözelti dayanıklılığı ve güvenilirlik parametreleri incelenerek analitik yöntem validasyonu gerçekleştirilmiştir. Doğrusallık parametresi için, Tiyokolşikosid, Etodolak, Famotidin'in konsantrasyonları ile pik alanları arasındaki ilişki incelenmiştir. Gün içi ve günler arası tekrarlanabilirlik parametresi için, her maddenin 3 farklı konsantrasyonda hazırlanan çözeltilerinin aynı gün içinde 3 kez ve 3 farklı günde analizi yapılmış olup aynı gün içinde yapılan analizlerde 0.03 ile 0.24, farklı günlerde

yapılan analizlerde 0.63 ile 0.95 arasında deęişen %RSD deęerleri elde edilmiştir. Laboratuvarlar arası tekrarlanabilirlik parametresi için, incelenen maddeleri içeren örnek çözeltiler, 2 farklı günde, 2 farklı analist tarafından, farklı HPLC cihazı kullanılarak analiz edilmiştir. Farklı laboratuvar koşullarında yapılan analiz sonuçları karşılaştırıldığında Tiyokolşikosid için 2.77, Etodolak için 4.35 ve Famotidin için 2.04 F deęeri elde edilmiştir. Bu tez kapsamında geliştirilmiş ve yapılan çalışmalar ile geçerlilięi kanıtlanmış olan analiz yönteminin, ilaç kalite kontrol laboratuvarlarında bu maddeleri içeren örneklerin rutin analizlerinde kullanılmasının uygun olduęu sonucuna varılmıştır.

Özbek (2018) yaptıęı bir çalışmasında; alüminyum, bor, kadmiyum, kobalt, krom, bakır, demir, kurşun, manganez, molibden ve nikel tayinleri için mikrodalga destekli sindirimden sonra mikrodalga kaynaklı plazma atomik emisyon spektrometri (MP-AES) kullanarak yeni bir metodoloji geliştirmiştir. Türkiye'deki pazarlardan satın alınan 18 ticari kına örneğinde metal tayini için 0.100 g kına örneęi tartıldı ve bir mikrodalga çözünürleştirme sisteminde 10 ml HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (3: 1) karışımı ile çözünürleştirmiştir. Sertifikalı referans malzeme çalı dalları ve yapraklardaki analitler, sertifika deęerlerinin belirsizlik sınırlarında ve ayrıca Çözünürleştirmeden önce kına örneęine eklenen analitler kantitatif olarak geri kazanılmıştır (%95–105). Son olarak kına örneklerinde bulunan sonuçlar, farklı ülkelerde yapılan bazı düzenlemeler ve yayınlanan dięer sonuçlarla karşılaştırmıştır.

Özbek ve ark. (2019) yaptıkları bir çalışmalarında, mikrodalga kaynaklı plazma atomik emisyon spektrometresi (MP-AES) kullanarak farklı pirinç örneklerindeki çeşitli elementlerin belirlenmesi için pratik bir prosedür tarif etmişlerdir. Analizden önce pirinç örnekleri kurutulmuş ve öğütüldükten sonra HNO<sub>3</sub> eşliğinde yaşma yakma ile çözünürleştirilmiştir. Torcun tıkanmasını önlemek için mineralleştirilmiş numuneler daha sonra süzüldü ve doğrudan MP-AES plazmasına gönderildi. Cihaz kalibrasyonu için standart çözeltiler kullanılarak ölçümler gerçekleştirilmiştir. Sertifikalı referans materyal (IRMM 804 Pirinç Unu ve NCS ZC 73030 Buęday) ve ekleme/geri kazanma testleri sonucunda (>%90) yöntemin doğruluęu da kanıtlanmıştır. Son olarak, çeşitli pirinç numunelerindeki analit konsantrasyonları geliştirilen yöntemle belirlenmiştir.

Özbek ve Özcan (2017), yapmış oldukları bir çalışmada, geleneksel bir Türk tahıl çorbası olan tarhananın element içerięini tayin ettiler. Tarhanada MP-AES ile kalsiyum, demir, magnezyum, manganez, potasyum ve sodyumun belirlenmesi için yeni bir yöntem geliştirdiler. 0.1 g'lık bir numune, 10 ml %65'lik HNO<sub>3</sub> içerisinde mikrodalgada

çözünürleştirme ile sulu ortama alındı. Validasyon için bir un standart referans malzemesi (GBW 08503) kullanıldı. Tüm tayinler için asit içinde hazırlanan standart çözeltiler kullanılarak MP-AES cihazının doğrusal kalibrasyonları yapıldı. Saptama sınırları (LOD), 393.366 nm'de Ca için 1.21 µg/g , 259.940 nm'de Fe için 0.43 µg/g , 766.491 nm'de K için 11.5 µg/g, 765.491 nm'de K için 0.15 µg/g, 403.076 nm'de Mn için µg/g ve 588.995 nm'de Na için 0.04 µg/g idi. Tarhanada Ca, K, Fe, Mg, Mn ve Na sırasıyla 0.73 ila 1.61, 0.016 ila 0.061, 2.02 ila 4.09, 0.473 ila 1.414, 0.019 ila 0.043 ve 0.26 ila 1.83 mg/g değerleri ile belirlemişlerdir.

Özbek ve Akman (2016) yapmış oldukları bir çalışmalarında Mikrodalga plazma-atomik emisyon spektrometrisi (MIP-AES) ile Türkiye'de satılan çeşitli ekmek örneklerinde kalsiyum, magnezyum, potasyum, demir, bakır, çinko, manganez ve fosforun belirlenmesi için yeni bir yöntem geliştirmişlerdir. Ekmekler bir gün 100 °C'de kurutulmuş, iyice öğütülmüş ve daha sonra nitrik asit/hidrojen peroksit kullanılarak çözünürleştirilmişlerdir. Sertifikalı referans maddeler olan un ve mısır unu numunelerindeki analitler MP-AEs ile tayin edilmiş ve kantitatif geri kazanımlar elde edilmiştir. Ayrıca yine yöntemin doğruluğu açısından ekleme/eri kazanma testleri yapılmış ve yine kantitatif geri kazanım değerlerine ulaşılmıştır. Çalışmada Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, P ve Zn için LOD değerleri sırasıyla 13.1, 0.28, 4.47, 118, 1.10, 0.41, 7550 ve 3.00 ng/ml olarak belirlenmiştir.

Özbek ve Akman (2015) yapmış oldukları bir çalışmada, MP-AES cihazını çeşitli Türk peyniri örneklerinde kalsiyum, magnezyum ve potasyum minerallerini belirlemek için kullanmışlardır. Peynir örnekleri 100 °C'de 2 gün kurutulduktan sonra nitrik asit/hidrojen peroksit karışımı içinde çözünürleştirmişlerdir. Sertifikalı bir referans madde olan süt tozu örneği kullanılarak yapılan analiz sonuçlarının analit değerleri belirsizlik sınırları dahilinde belirlenmiştir. Ayrıca peynir örneklerine eklenen analit derişimleri kantitatif olarak geri kazanılabilmıştır (>%90). Ca, Mg ve K için LOD değerleri sırasıyla 0.036 µg/ml, 0.012 µg/ml ve 0.190 µg/ml'dir. Türkiye'nin değişik bölgelerinde üretilen çeşitli peynir örneklerindeki Ca, K ve Mg konsantrasyonları sırasıyla 1.03–3.70, 0.242– 0.784 ve 0.081-0.303 g/ kg arasında bulunmuştur.

Özbek ve Akman (2014), çeşitli Türk kırmızı şarap ve beyaz şarap numunelerindeki bor mineralini, 249.677 nm'lik dalga boyuna ayarlanmış MP-AES ile belirlemişlerdir. Şarap örneklerini analizden önce bir ön işleme tabi tutmamışlar ve 1:1 oranında seyreltilmiş şarap örneklerine eklenen borun geri kazanım oranı %80 olarak belirlemişlerdir. Bu sonuca şarap örneklerinin matriksine bağlı olarak etkileşim gösterdiği sonucuna varmışlardır. Bu nedenle,

tainler için standart ekleme yöntemi kullanılmıştır. LOD ve LOQ değerleri sırasıyla 0.08 ve 0.28 mg/ml olarak belirlemişlerdir. Çeşitli şarap numunelerindeki bor konsantrasyonları aralığı 4.2-10.8 mg/L olarak belirlemişlerdir.

Jung ve ark. (2019) MP-AES ile gerçekleştirdikleri bir çalışma literatürdeki bu cihazla yapılmış tek validasyon çalışmasıdır. Yapılan bu çalışmada Şarapta Mn tayini için MP-AES'in analitik özellikleri ICP-OES ile karşılaştırarak incelemişlerdir. MP-AES'in optimum spektral çizgisinin (403.076 nm) ICP-OES'den (259.373 nm) farklı olduğunu tespit etmişlerdir. Yabani üzüm (*Vitis coignetiae*) kırmızı şaraplarında Mn miktarının hesaplanması için basit ve uygun maliyetli bir MP-AES analiz yöntemi geliştirmişler ve valide etmişlerdir. Matris etkilerini tespit etmek için geri alma çalışmaları kapsamında standart çözelti ekleme yöntemini kullanmışlardır. MP-AES'in duyarlılığının ICP-OES ile karşılaştırılabilir düzeyde olduğu bulunmuştur. MP-AES hassas, doğru ve güvenilir sonuçlar vermiştir. Yabani üzüm şaraplarındaki Mn konsantrasyonu 502-3627 µg/L aralığında olduğu bildirilmiştir. MP-AES'in, düşük matris toleransında belirgin bir dezavantaja sahip olduğunu ve diğer taraftan, havadan bir azot jeneratörü ile üretilen azot gazının kullanılması nedeniyle düşük işletme maliyetinden dolayı net bir avantaja sahip olduğunu belirtmişlerdir.

### **1.3. Çalışmanın Amacı**

Bu tezin amacı; Gümüşhane Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü Abdullah Atakan ÖZTÜRKMENOĞLU laboratuvarında bulunan Mikrodalga Plazma–Atomik Emisyon Spektrometre (MP–AES) (Agilent Tech. 4200 model) cihazında tüm gıdaları temsilen lahana, un, balık ve meyve suyu numuneleri kullanılarak sodyum (Na), potasyum (K), kalsiyum (Ca), magnezyum (Mg), demir (Fe), alüminyum (Al), bakır (Cu), mangan (Mn), çinko (Zn), nikel (Ni), kurşun (Pb), kadmiyum (Cd), krom (Cr) ve kobalt (Co) elementlerinin metot validasyonunu ve ölçüm belirsizliği hesaplamalarını gerçekleştirerek kullanılan bu metodu geçerli kılmak ve cihazdan elde edilen verilerin doğru ve güvenilir bir şekilde yorumlanmasını sağlamaktır. Ayrıca MP-AES'in mevcut diğer metal ölçüm tekniklerine karşı güçlü bir alternatif ölçüm tekniği olup olmadığını göstermektedir.

### **1.4. Çalışmanın Kapsamı**

Gıdalarda yapılan kimyasal ölçümlerin temel amacı, ölçüm sonucuna dayanarak gıdalar hakkında bir takım kararlar vermektir. Bu kararı verirken bir ürünün belli

standartlara, belli kalite kriterlerine uygunluğu, üretim prosesinin kontrolü, kanuni kararlar için kriterleri, ürünlerin ticari olarak değerlendirilmesi, sınıflanması gibi unsurlar dikkate alınır. Kimyasal ölçümün sonucu güvenilir, doğru, tekrarlanabilir, belirlenen amaca uygun kalitede, ulusal ve uluslararası boyutta karşılaştırılabilir olmalıdır. Güvenilir analiz için, standart deney prosedürü, uluslararası geliştirilmiş standart metotlar, cihazların kalibrasyonu, cihazların performans testleri, metot validasyonu, laboratuvar akreditasyonu, yeterlilik testleri, kimyasal metroloji gibi yöntem ve araçlar kullanılır. Laboratuvar akreditasyonu, 3 temel konu etrafında oluşturulan bir değerlendirme sistemidir. Bunlar, metot validasyonu, sonuçların izlenebilirliği ve ölçüm belirsizliğidir.

Bu tez kapsamında, MP–AES cihazı kullanılarak yukarıda ifade edilen 4 farklı gıda matriksinde Na, K, Ca, Mg, Fe, Al, Cu, Mn, Zn, Ni, Pb, Cd, Cr ve Co elementlerinin analizleri gerçekleştirilerek validasyon çalışmaları ve ölçüm belirsizliği hesaplamaları yapılmıştır. Validasyon çalışmaları kapsamında ilk olarak LOD (limit of detection, en düşük algılama sınırı) ve LOQ (limit of quantification, en düşük tayin sınırı) değerleri tespit edilmiş ve diğer parametreler bu değerler üzerinden hesaplanmıştır. Bu cihazdan elde edilen sonuçların tekrarlanabilirliği ve tekrarüretilebilirliği gözlemlenmiştir. Kullanılan gıdalar üzerine eklemeler yapılarak ekleme/geri kazanma testleri (spiked/recovery) ile cihazda ayrıca referans maddeler de okutularak doğruluk testleri gerçekleştirilmiştir. Ölçüm belirsizliği hesaplamaları kapsamında ise validasyon çalışmalarından elde edilen veriler kullanılarak tekrarlanabilirlik (Tekrarlanabilirlik çalışması; analiz kapsamında yetkilendirilen tüm kişiler ile, biri mutlaka LOQ seviyesinde olmak üzere en az iki konsantrasyonda, en az beş tekrarlı geri kazanım çalışması yapılarak gerçekleştirilmiştir), tekrarüretilebilirlik (Laboratuvar-içi tekrarüretilebilirlik çalışması; analiz kapsamında yetkilendirilen tüm kişiler ile, biri mutlaka LOQ seviyesinde olmak üzere en az iki konsantrasyonda, en az beş farklı zamanda geri kazanım çalışması yapılarak gerçekleştirilmiştir), doğrusallık ve gerçeklilik (Gerçeklilik çalışması; analiz kapsamında yetkilendirilen tüm kişiler ile, biri mutlaka LOQ seviyesinde olmak üzere en az iki konsantrasyonda, en az beş tekrarlı geri kazanım çalışması yapılarak gerçekleştirilmiştir.) analizleri yapılmıştır.

## **2. YAPILAN ÇALIŞMALAR**

### **2.1. Gıda Örnekleri Seçimi (Örneklem)**

Metot validasyonu parametreleri ve ölçüm belirsizliği hesaplamaları için tüm gıdaları temsilen lahana (kara lahana), un (buğday unu), balık (konserve ton balığı) ve meyve suyu (karışık) olmak üzere dört farklı gıda matrisinde çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Özellikle cihazların veya yöntemlerin validasyonunda diğer tüm örnekleri de temsil edecek şekilde örneklem seçilmesi, yöntemin standart uygulanabilirliği ve standartlaştırılması açısından son derece önemlidir. Bu çalışmada seçilen gıda matrisleri birbirlerinden oldukça farklı seçilerek yöntemin farklı matrislerde çalışıp çalışmadığı kontrol edilmiştir. Bu çalışma toplam gıda matrisi özelinde sınırlandırılmıştır. Fakat gıda dışında çevresel ve biyolojik doku matrisleri de seçilerek farklı bir bakış açısıyla yine aynı yöntemin validasyon çalışmaları ve ölçüm belirsizliği hesaplamaları yapılabilir. Bu tezde gıda matrisleri seçilerek özellikle gıda ve gıda mühendisliği alanına katkıda bulunduğu düşünülmektedir.

Yapılan tayin ve validasyon çalışmalarında kullanılan gıda maddeleri; buğday unu, ton balığı, karışık meyve suyu Gümüşhane merkezindeki marketlerden, kara lahana ise Gümüşhane'nin Kürtün ilçesindeki tarlalardan temin edilmiştir.

### **2.2. Kullanılan Cihazlar ve Kimyasallar**

#### **2.2.1. Standart Çözeltiler ve Hazırlanması**

MP-AES'de ölçümlere başlamadan önce her bir metalin (Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Mn, Zn, Al, Co, Ni, Pb, Cd ve Cr) standart çözeltilerinin hazırlanmasında Merck firmasından (Darmstadt, Almanya) temin edilen 100 mL hacimli 1000 mg/L derişimli sertifikalı tekli stok çözeltiler (Şekil 2.1) kullanıldı. Sertifikalı stok çözeltilerin her birinden 12.5 mL alınıp 250 mL'lik bir balonjojeye konuldu. Sonra ultra saf suda %2'lik (v/v) HNO<sub>3</sub> çözeltisi ile hacmine kantitatif olarak tamamlandı. Böylece stok çözeltiden 20 kat seyreltme yapılarak karışık halde herbir metalden 50 mg/L derişime sahip bir ara çözelti hazırlandı. 50 mg/L'lik bu ara çözeltiden uygun seyreltmeler yaparak 0.010, 0.025, 0.050, 0.10, 0.25, 0.50, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 7.5, 10.0, 15.0, 20.0 ve 25.0 mg/L ardışık 16 standart çözelti hazırlandı. Sonuç olarak, artan derişimlerdeki 16 standart çözeltinin herbirinde 14 metal karışık halde bulunmaktadır. Bu standart çözeltiler yardımı ile MP-AES'de her bir metal için kalibrasyon grafikleri türetilmiştir.



Şekil 2.1. Metallerin 1000 mg/L derişimli sertifikalı tekli stok çözeltileri (100 mL hacimli)

### 2.2.2. MP–AES Cihazı ve Çalışma Koşulları

Bu tez kapsamında validasyonu yapılan MP-AES cihazının (Agilent Technologies, Santa Clara, Kaliforniya, ABD) çalışma şartları Tablo 2.1’de verilmiştir. MP-AES yeni nesil teknolojilerden biridir ve günümüzde uzun yıllardır bu amaç için kullanılan AAS (atomik absorpsiyon spektrometri) ve ICP-OES (İndüktif eşleşmiş plazma – optik emisyon spektrometri) tekniklerine karşı güçlü bir alternatiftir. Sistem, mikrodalga enerji ile başlatılan ve devamında azot gazı ile sürdürülen yaklaşık 5000 °C ısıya ulaşabilen bir plazma içerisinde analitlerin emisyon piklerinin oluşturulması şeklinde çalışmaktadır. Elde edilen emisyon pikleri bir CCD (Charge-Coupled-Device) detektörde okunmaktadır. Plazmayı meydana getiren azot gazı sıfır maliyetle havadan bir azot jeneratör sistemi ile elde edilmektedir. Bu anlamda MP-AES yüksek maliyetli argon gazı gerektiren ICP-OES ve ICP-MS’e göre oldukça düşük maliyetli bir hizmet sunmaktadır (MP-AES System, 2019; Agilent 4200 MP-AES, 2019; MP-AES Application Handbook, 2020). Son 10 yıla damgasını vuran MP-AES sistemi ile ilgili gıdadan çevresel numunelere kadar birçok alanda yapılmış çalışmalara literatürde rastlanmaktadır (Sajtos ve ark., 2019; Özkan ve Uygur, 2019; Özbek, 2018; Rodríguez-Solana, 2018; Gundogdu vd., 2018; Gundogdu vd., 2013).

Tablo 2.1. MP–AES cihazının çalışma şartları

Elementler ve dalga boyları, nm	: Ca (422,673), Mg (518,360), Na (589,592), K (769,892), Fe (438,354), Cu (324,754), Mn (403,076), Zn (213,857), Al (396,152), Co (340,511), Ni (341,476), Cr (425,433), Cd (228.802), Pb (405,781)
Sisleştirici	: OneNeb nebulizer sistem
Sisleştirici basıncı	: 140 kPa
Sisleştirici akış hızı	: Default (0.75 L/dak)
Sprey odacığı	: Çift geçişli siklonik sınıf
Pompa hızı	: 15 rpm
Örnek pompa hortumu	: Turuncu/yeşil
Atık pompa hortumu	: Mavi/mavi
Otomatik örnekleme	: Agilent SPS 3
Okuma zamanı	: 1 saniye
Tekrar sayısı	: 3
Alım sırasında hızlı pompa	: Açık (80 rpm)
Numune alım erteleme	: 10 saniye
Durulama süresi	: 10 saniye
Kararlılık süresi	: 10 saniye
Peristaltik pompa hızı	: 15 rpm
Zemin düzeltme	: Otomatik
Gaz kaynağı	: Azot jeneratörü

### 2.2.3. Gıda Numunelerinin Analize Hazırlanması

Kimyasal analizlerin gerçekleştirilmesinde kullanılan analitiksel metotların çoğu için katı ve sıvı örneklerin çözünürleştirilerek sulu ortama alınması çok önemli bir yere sahiptir. Mineral element ve ağır metal analizlerinde numunelerin genelde tamamen çözünürleştirilmesi, yani organik maddelerden arındırılarak sulu ortama alınması gerekmektedir. Ağır metal ve mineral element analizlerinde katı numunelerin (veya organik madde içerikli sıvıların) çözünürleştirilip sulu faza alınmasında yüksek basınçlı kapalı sistem mikrodalga çözünürleştirme üniteleri yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Yılmaz, 2014). Sistemde numuneler yaş yakma prensibine göre bazı asit ve yükseltgeyici maddeler eşliğinde yüksek sıcaklık ve basınçta parçalanır. Nihai olarak berrak sulu çözeltiler elde edilir.

#### 2.2.4. Mikrodalga Çözünürleştirme Ünitesi ve Çözünürleştirme İşlemi

Geleneksel olarak kullanılan çözünürleştirme yöntemlerinde kimyasalların kullanım miktarları fazla olup çözünürleştirme işlemi de uzun sürmektedir. Geleneksel çözünürleştirme yöntemlerinde açığa çıkan dumanlar zehirleyici ve aşındırıcı bir etkiye sahip oldukları için analizi yapan kişiye ve ortama zarar verebilmektedir. Bu nedenle, kapalı mikrodalga çözünürleştirme yöntemleri geleneksel yöntemlerin yerini almış bulunmaktadır (Yılmaz, 2014).

Mikrodalga sistemleri ilk olarak 1975 yılında, açık sistemlerde yaş çözünürleştirme işlemleri için hızlı ısıtma kaynağı olarak kullanılmıştır. Mikrodalga ile ısıtarak çözünürleştirme işleminin, biyolojik örneklerin bir erlenmayer içerisinde açık atmosferde çeşitli asitler ve yükseltgeyici maddeler eşliğinde geleneksel olarak ısıtılarak (konveksiyon, yani iletim ile ısıtma) parçalanması sonucu sulu ortama alınması işleminden çok daha kısa sürdüğünün tespit edilmesinden sonra mikrodalga ile yeni örnek hazırlama yöntemleri geliştirilmeye başlanmıştır (Yörük, 2008; Yılmaz, 2014).

Araştırmacılar, çözünürleştirme tepkimesinin hızını arttırarak çözünürleştirme işleminin süresini daha da kısaltabilmek için 1980 yılında bu iş için tasarlanmış kapalı kaplar kullanmaya başladılar. Bu sayede reaksiyonun gerçekleştiği sıcaklığı asidin kaynama noktasının üzerine çıkarmayı başardılar.

İlk olarak mikrodalga fırını evlerde kullanılabilir şekilde 1985 yılında geliştirildi. 1986 yılında ise laboratuvarlarda kullanılmaya uygun olan mikrodalga sistemlerinin tanıtımı yapıldı. Daha önceki yıllarda kullanılan mikrodalga sistemlerinde tek bir kap direkt olarak mikrodalga ışınlarına maruz bırakılabilirken bu yeni sistemde birden çok kap mikrodalga ışınlarına maruz bırakılabilmektedir.

Yapılan bu çalışmalar sonucunda geleneksel yöntemlerle günlerce sürebilen çözünürleştirme işlemleri artık günümüzde 10–15 dakika gibi kısa sürelerde gerçekleştirilebilir hale getirilmiştir. Mikrodalga çözünürleştirme yöntemi, geleneksel ve diğer çözünürleştirme yöntemlerine göre çok daha hızlı ve yapılan analizlerin sonuçlarının daha güvenilir olmasını sağlayan bir numune ön hazırlık aşamasıdır (Yörük, 2008).

Bu çalışmada kullanılan gıda matrislerinden lahana, un ve ton balığı numuneleri ilk önce etüvde 80 °C'de kurutuldu. Meyve suyu için ise böyle bir ön kurutma işlemi yapılmamıştır. Kurutulmuş ürünlerden 0.1 mg hassasiyetteki analitik terazide yaklaşık 0.5 g tartımlar alınarak mikrodalga fırının (Milestone Ethos D, Sarisole, Italy) teflon beherlerine aktarıldı. Meyve suyu numunesinden ise 5.0 mL alınarak teflon behere aktarıldı. Bu

çalışmada kullanılan mikrodalga fırında 10 paralel numune çözünürleştirilebilmektedir. Tüm beherlere 6 mL der.HNO<sub>3</sub> ve 2 mL der.H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ilave edildikten sonra beherlerin kapakları kapatılıp mikrodalga ünitesinin segmentlerine yerleştirildi. Vidaları iyice sıkıştırıldıktan sonra segmentler mikrodalga fırına konuldu ve maks. 100 atm (1500 psi) basınç altında ve 180–220 °C kademeli sıcaklık aralığında çözünürleştirme (parçalama) işlemi yaklaşık 20 dk gibi bir sürede tamamlandı. Uygulanan çözünürleştirme programı Tablo 2.2’de verilmiştir (Duran vd., 2007). Çözünürleştirme işleminden sonra mikrodalga fırından çıkarılan segment takımı (10 adet) bir müddet soğumaya bırakıldı. Daha sonra segmentlerin vidaları gevşetilerek içlerindeki numune içeren teflon beherler çıkarıldı ve kapakları açılarak berrak çözeltiler balon jöjeye aktarıldı. Beherler iyice yıkanıp yıkama suları da balon jöjeye aktarıldıktan sonra son hacimleri 50 mL’ye ultra saf su ile kantitatif olarak tamamlandı. Son olarak balon jöjedeki numune çözeltileri 50 mL hacimli polipropilen (pp) şişelere aktarılarak çalışmaların yapılacağı zamana kadar +4 °C’de saklandı.

Tablo 2.2. Gıda matrislerinin çözünürleştirilmesinde uygulanan mikrodalga çözünürleştirme programı

Adım	Zaman (dak)	Güç (W)	Basınç (x10 <sup>5</sup> Pa)	Sıcaklık (°C)
1	1	250	45	180
2	1	0	45	180
3	6	250	45	200
4	5	400	45	200
5	5	600	45	210

### 2.3. Validasyon Parametreleri ve Aşamalarının Belirlenmesi

MP-AES sisteminin gıda matrislerinde 14 metalin tayini için validasyon çalışmalarında öncelikle validasyon parametreleri ve ardından da validasyon aşamaları planlanmıştır.

#### 2.3.1. MP-AES ile Mineral Element ve Ağır Metal Analizleri için Metot Validasyonu Parametreleri

MP-AES ile gıdalarda mineral element ve ağır metal analizleri için metot validasyonu çalışmaları aşağıda yer alan parametreler doğrultusunda gerçekleştirilmiştir.

- Kalibrasyon ve Doğrusallık (Lineerlik)
- LOD (Tespit limiti) ve LOQ (Tayin limiti)
- Doğruluk
  - ✓ Kesinlik
    - Tekrarlanabilirlik
    - Labrotuvar içi tekrarüretilebilirlik
  - ✓ Gerçeklik
    - Sistemik hata (Bias)
    - Geri kazanım

### **2.3.2. Kalibrasyon ve Doğrusallık (Lineerlik)**

MP-AES cihazının doğrusal kalibrasyon grafiklerinin türetilmesi için öncelikle sodyum (Na), potasyum (K), kalsiyum (Ca), magnezyum (Mg), demir (Fe), alüminyum (Al), bakır (Cu), mangan (Ma), çinko (Zn), nikel (Ni), kurşun (Pb), krom (Cr), kadminyum (Cd) ve kobalt (Co) metallerini içeren 16 farklı konsantrasyonda ardışık bir seri standart çözelti ve içinde bu elementleri içermeyen bir kör numune hazırlandı. Cihazın “MP Expert” yazılımı aracılığı ile uygun dalga boyları ve diğer operasyon şartları seçilerek (Tablo 2.1) her bir element için MP-AES’de ölçümler yapıldı ve emisyon şiddeti değerleri (sinyal değerleri) okundu. MP Expert yazılımı otomatik olarak her konsantrasyondaki standart çözeltinin üç paralelli olacak şekilde okunmasını ve sonuçların ekrana ortalamasının, standart sapmasının ve %RSD’sinin yansıtılmasını sağlar. Yapılan bu okumalar sonucunda MP Expert her bir element için ayrı ayrı doğrusal grafiklerin çizilmesini ve ayrıca ekrana yansıtılmasını da sağlar. Sonuçlar ve grafikler bir yazıcı aracılığı ile çıktı ortamına alınabildiği gibi excel programı üzerinden .xls uzantılı da kaydedilebilir.

MP-AES’de her bir metal için oluşturulan kalibrasyon grafiklerinin doğrusal aralıkları ve çalışma aralıkları da belirlendi. Gıda matriksleri ile çalışırken her bir metalin kendi doğrusal aralığında doğru ölçümlerini alabilmek için gıda matriksleri uygun oranlarda seyreltilmiştir (Tablo 2.3).

### **2.3.3. LOD (Tespit limiti) ve LOQ (Tayin limiti)**

MP-AES sisteminin LOD ve LOQ değerleri iki farklı yöntemle belirlendi. Birinci yöntemde, içerisinde analit bulunmayan bir kör çözelti kullanıldı. İkinci yöntemde ise içerisinde her bir analitten (metalden) 0.050 mg/L bulunan bir standart çözelti kullanıldı. Her

iki çözelti de MP-AES’de 20’şer kez ölçüldü ve elde edilen sinyal değerlerinin standart sapması hesaplandı. Her bir analit için hesaplanan standart sapmaların 3 katının kalibrasyon grafiği doğrusal denkleminin ( $y = mx + n$ ) eğimine (m) bölünmesi ile LOD, 10 katının kalibrasyon grafiğinin eğimine bölünmesi ile LOQ değerleri belirlendi.

### **2.3.4. Doğruluk**

#### **2.3.4.1. Kesinlik**

Kesinlik parametresi için tekrarlanabilirlik ve laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik çalışmaları gerçekleştirildi. Öncelikle bu tez çalışmaları kapsamında kullanılan gıda numunelerinin metal içerikleri belirlendi. Mikrodalga fırından alınan gıda matrisi içerikli berrak çözeltiler, içerdikleri metallerin doğru tayinleri için Tablo 2.1’de gösterildiği şekilde her bir metalin kendi doğrusal aralığına gelecek şekilde seyreltikten sonra MP-AES’de ölçülmüştür. Ölçümlerden sonra bu seyreltme faktörleri sonuçlara yansıtılarak nihai derişimler hesaplanmıştır.

Tekrarlanabilirlik çalışmalarının tamamı kısa zaman zarfında 10 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Yapılan tekrarlanabilirlik çalışmaları sonucunda standart sapma ve RSD değerleri hesaplanmış ve Horwitz oranı hesaplanarak çıkan sonuçların ulusal veya uluslararası kabul edilebilir değerlere uygunluğu karşılaştırılmıştır.

Laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik çalışmasında, tekrarlanabilirlik çalışmasında yapılan işlemler iki farklı analizci tarafından ayrı ayrı 10 tekrarlı olacak şekilde belli zaman periyotlarında gerçekleştirilmiştir. Çalışmalar sonunda tekrarüretilebilirlik standart sapmaları, RSD değerleri ve Horwitz oranları ayrı ayrı hesaplanarak karşılaştırılmalı olarak gerçekleştirilmiştir.

Tablo 2.3. Yapılan tekrarlanabilirlik ve ekleme geri kazanım çalışmalarında ölçülen metaller için gıda matrikslerinin seyreltilme oranları

Gıda matriksi	Ölçülen element	Seyreltme oranı (kat)
Lahana	Ca, K	100
	Mg, Na	10
Un	K	10
	Na, Mg, Ca	1
Balık	Mg	2
	Na, K	20
Meyve suyu	Ca,	10
	Mg	5
	Na	2
	K	20

#### 2.3.4.2. Gerçeklik

Gerçeklik parametresi için geri alma ve sistematik hata (bias) çalışmaları yapılmıştır.

Geri alma (Recovery) çalışmaları başlangıcında kurutulmuş un, lahana, balık ve sıvı halde bulunan meyve suyu numuneleri Bölüm 2.2.4’de belirtildiği gibi önce mikrodalga fırında çözünürleştirilmiştir. Elde edilen berrak çözeltiler, her bir metalin kendi doğrusal aralığında ölçümlerin yapılabilmesi için gerekli seyreltmeler yapılmıştır. Seyreltme işlemleri genel olarak majör metaller olan Ca, Mg, Na ve K metalleri için uygulanmıştır. Çünkü bu metaller genellikle gıda matriksi ortamında kalibrasyon grafiği aralığının üzerinde bir seviyede bulunmaktadır. Diğer metaller için seyreltme yapılmasına gerek duyulmamıştır. Ayrıca çözeltilerin direkt ölçümlerinin yanında biri LOQ seviyesine yakın olmak üzere gıda matrikslerine üç seviyede ekleme (0.05, 0.5 ve 2.0 mg/L) yapılarak da metallerin geri kazanım yüzdeleri hesaplanarak gerçeklik değerlendirmeleri yapılmıştır.

Gerçeklik parametresinin diğer kısmında sistematik hata çalışmaları için üç farklı sertifikalı referans madde (SRM) analiz edilmiştir (BCR-679 White Cabbage, INCT-MPH-2 Mixed Polish Herbs ve NIST RM 8418 Wheat Gluten). Bu üç SRM de gıda matrikslerinde olduğu gibi önce mikrodalga fırında Bölüm 2.2.4’te belirtildiği gibi çözünürleştirilerek çözelti fazına alınmıştır. Yakma işleminden sonra çözünürleştirilen SRM’lerdeki majör metaller (Ca, Mg, Na ve K) için uygun seyreltmeler (Tablo 2.4) yapıldıktan sonra MP-AES’de ölçümler yapılmıştır. Geri kalan diğer metaller için SRM matriksleri seyreltilmeden ölçülmüştür.

Tablo 2.4. Bias parametresi çalışmalarında ölçülen metaller için gıda matrislerinin seyreltilme oranları

SRM adı	Ölçülen element	Seyreltme oranı (kat)
BCR-679 White Cabbage	Ca, Mg, Na, K	10
INCT-MPH-2 Mixed Polish Herbs	Na Ca, Mg, K,	10 1
NIST RM 8418 Wheat Gluten	Ca, K Na, Mg	10 1

SRM: Sertifikalı Referans Madde

### 2.3.5. Belirsizlik Hesaplamaları

MP-AES cihazında yapılan analizler için belirsizlik kaynakları tek tek tespit edilerek ilgili hesaplamalar yapılmıştır. Hesaplanan belirsizliklerden yararlanılarak standart belirsizlikler, birleştirilmiş standart belirsizlikler ve k=2 için genişletilmiş belirsizlikler %95 güven aralığında hesaplanmıştır.

### 2.3.6. Belirsizliğin Raporlanması

Yapılan analizlerin sonuçlarının raporlanması için;

$$\text{Sonuç} = \text{ölçüm sonucu} \pm U_{(x)} \cdot X \quad (2.1)$$

$U_{(x)}$  : Yapılan Analizin belirsizliği

$X$  : Ölçüm sonucu

eşitliği kullanılmıştır..

### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 3.1. Analiz Sonuçları

MP-AES cihazında yapılan çalışmalardan elde edilen ham veriler Microsoft Office Excel Programı'nda işlenip gerekli hesaplamalar yapıldıktan sonra ilgili grafikler ve tablolar türetilerek teze aktarıldı. Yapılan çalışmalardan sonra elde edilen verilerin değerlendirilmesi, "Türk Gıda Kodeksi 2017/7 Gıdalardaki Eser Element ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü Tebliği"ne göre yapılmıştır.

##### 3.1.1. Kalibrasyon

Genel olarak tüm analitik sonuçlar, ilgili analitin bir fiziksel özelliğinin ( $C_s$ ) ölçümüne dayanır ve bu fiziksel özelliğin (veya sinyalin) analitin derişimi ( $C_x$ ) ile paralellik göstermesi beklenir. Çeşitli cihazlarla yapılan analitik ölçümlerde nihai sonuca basitçe ulaşılabilmesi için bu sinyal ile analit derişiminin doğrusal bir ilişki içerisinde olması istenir:  $C_x = kC_s$ . Bu eşitlikte  $k$  orantı katsayısıdır. Derişim ile sinyal arasında böyle bir doğrusal eşitliğin kurulabilmesi için  $k$  sabitinin bilinmesi veya bulunması gerekir. Yani kısacası  $k$  sabitinin tayini *kalibrasyon* olarak ifade edilir (Skoog vd., 2004). Aslında analitik tayinlerde ölçümden önce standart çözeltilerle yapılan tam da budur. Analitin tayininden önce standart çözeltiler yardımı ile sinyal – derişim arasında doğrusal bir kalibrasyon grafiği türetilir. İşte bu doğrusal grafiğin denkleminde ( $y = mx + n$ ) eğimin ( $m$ ) tayini aslında kalibrasyon yapıldığını gösterir.

Kalibrasyon terimi için başka tanımlamalar da yapılabilir. Yukarıda da ifade edildiği gibi en genel anlamı ile kalibrasyon; bir cihazdan (ya da yöntemden) elde edilen sinyal ile ona karşılık gelen derişim (veya miktar) arasındaki bağıntı katsayısının tespit edilmesidir. Başka bir ifade ile ise, belli koşullar altında uygulanan yöntemden elde edilen değer ile gerçekte olan değer arasındaki bağıntıyı ya da ilişkiyi ortaya koymak için yapılan işlemler topluluğuna kalibrasyon denir. Akredite laboratuvarlarda güvenilir bir sonuç elde etmenin en temel kriteri kalibrasyondur. Kalibrasyonu düzgün yapılmamış bir cihaz, analiz prosedürü ne kadar düzgün gerçekleştirilse bile doğru sonuç vermeyecektir (Gıda ve Kontrol Genel Müd., 2018; Güner, 2019).

MP-AES cihazı tek değişkenli kalibrasyon tekniğine göre ayarlanmış bir cihazdır. Bu teknik, aranan analitin derişiminin tespit edilebilmesi için cihazın optik sisteminde yer alan CCD dedektörü yardımıyla aranan analitin yaymış olduğu ışınların aranan analite özel

bir dalga boyundaki ölçümleri içerir. MP-AES cihazının kalibrasyonu her analizden önce mutlaka yapılmalıdır (Daş, 2013).

MP-AES cihazının kalibrasyonu için Bölüm 2.2.1’de belirtildiği gibi 14 metali aynı anda içeren 0.010–25.00 mg/L aralığında ardışık bir seri standart çözelti hazırlanmıştır. Hazırlanan standart çözeltilerin MP-AES’de emisyon şiddetleri (sinyal değerleri) alındıktan sonra sinyal değerleri ile derişim (mg/L) değerleri arasında çizilen kalibrasyon grafiği verileri Tablo 3.1–3.20 arasında ve kalibrasyon grafikleri ise şekil 3.1–3.8 arasında verilmiştir.

Tablo 3.1. Ca, Mg, Na ve K elementleri için sinyal (emisyon şiddeti) ve derişime (mg/L) karşı çizilen kalibrasyon grafiği verileri (ölçüm sayısı N: 3, seçilen dalga boyları (nm), Ca: 393.366, Mg: 285.213, Na: 588.995, K: 766.491)

Kodu	C, mg/L	Sinyal (emisyon şiddeti) değerleri			
		Ca	Mg	Na	K
Std_0	0.000	0.0	0.0	0.0	0.0
Std_1	0.010	3141.1	234.8	16236.9	652.5
Std_2	0.025	7348.9	662.3	29655.0	1769.1
Std_3	0.050	14080.7	1399.8	52368.6	3828.0
Std_4	0.100	26473.9	2824.2	100254.7	7290.9
Std_5	0.250	67886.2	7536.5	222152.4	17745.8
Std_6	0.500	131748.3	15200.1	443256.6	37750.4
Std_7	1.000	260799.9	28997.4	887568.8	70321.3
Std_8	2.000	466953.5	53285.5	1621556.3	138638.0
Std_9	3.000	692715.0	78089.5	2470754.5	208091.2
Std_10	4.000	910756.3	96398.5	3156364.9	272284.3
Std_11	5.000	1108070.5	113710.7	4117202.2	330377.1
Std_12	7.500	1664450.6	-----	-----	503996.4
Std_13	10.00	2082402.7	-----	-----	653429.4
Std_14	15.00	2688325.7	-----	-----	951834.0
Std_15	20.00	-----	-----	-----	1215844.6
Std_16	25.00	-----	-----	-----	1466714.0

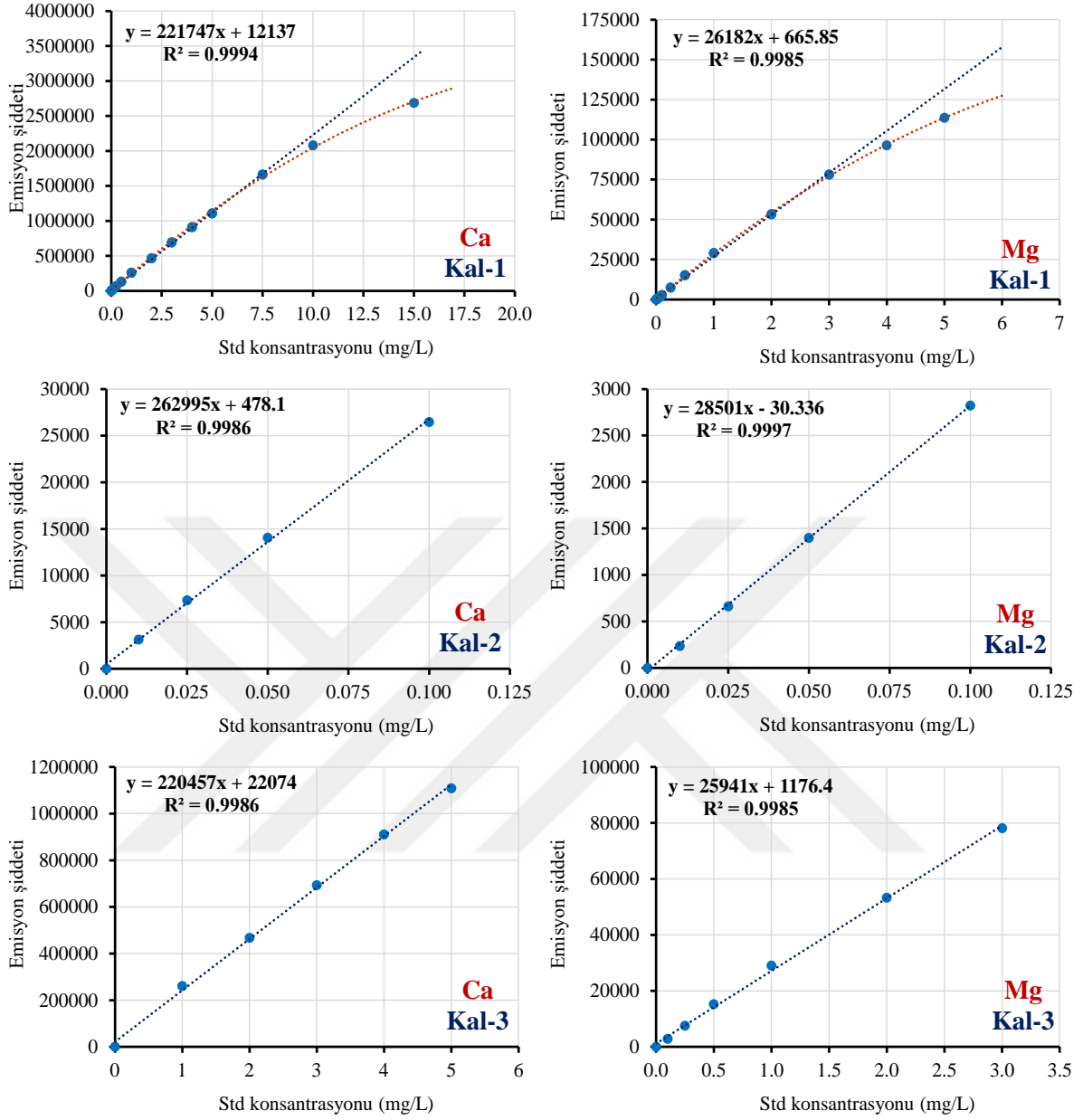
Not: Ca, Mg, Na ve K elementlerini içeren standart çözeltilerin bazı derişimlerinde “----“ işareti ile emisyon şiddeti değerleri verilememiştir. Bu durum, cihazın bağıl olarak yüksek derişimlerde sinyal verememesinden, yani detektörün maksimumn doygunluğa ulaşmasından kaynaklanmaktadır.

Tablo 3.2. Ca, Mg, Na ve K elementleri için çizilen kalibrasyon grafiği verilerine ait standart sapma (SD) ve bağıl standart sapma (RSD) değerleri

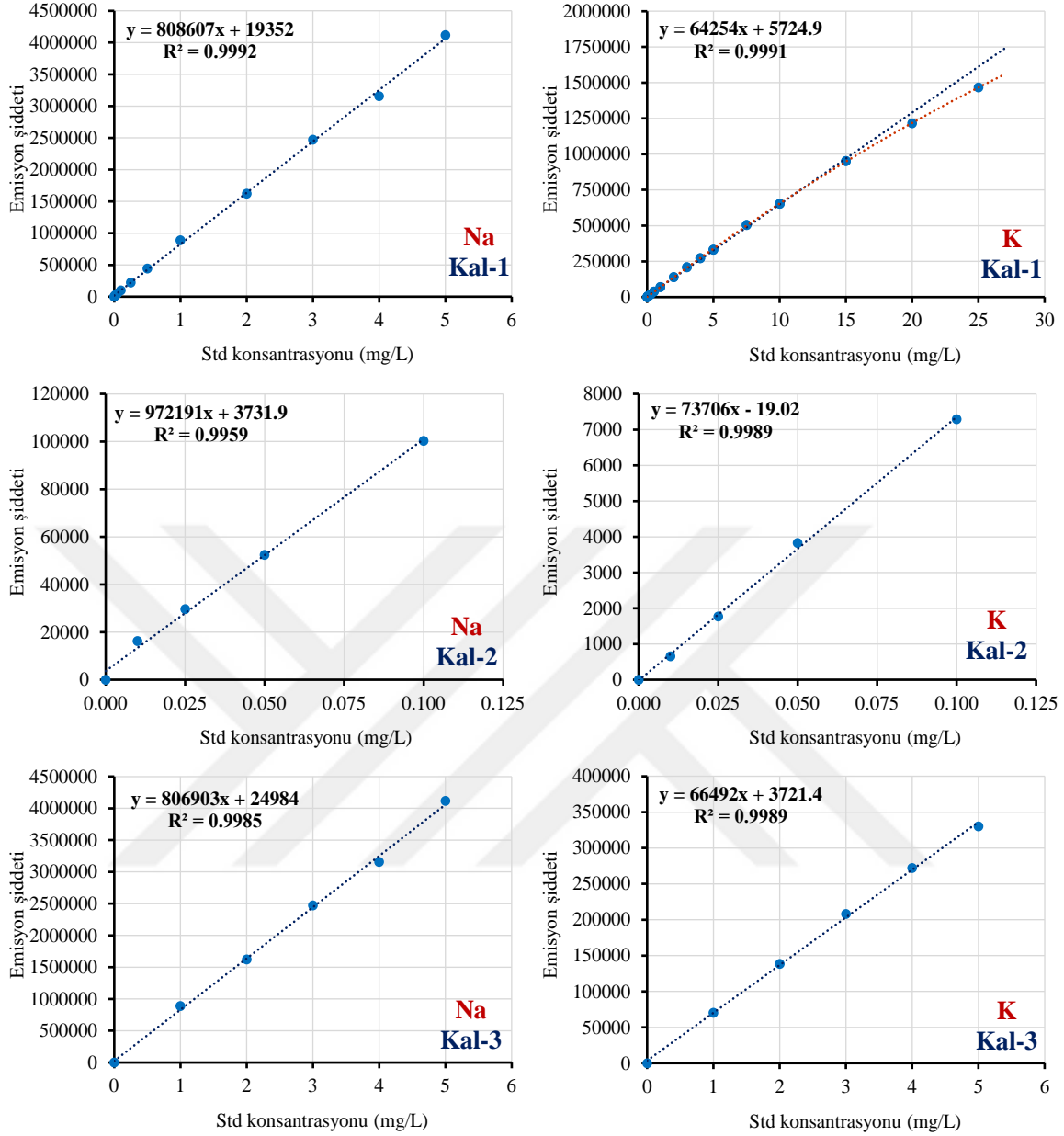
Kodu	C, mg/L	Ca		Mg		Na		K	
		SD	RSD, %	SD	RSD, %	SD	RSD, %	SD	RSD, %
Std_1	0.010	10.33	0.33	10.22	4.35	896.70	5.52	21.22	3.25
Std_2	0.025	48.34	0.66	12.23	1.85	851.223	2.87	33.33	1.88
Std_3	0.050	61.22	0.43	10.34	0.74	896.254	1.71	39.56	1.03
Std_4	0.100	115.67	0.44	10.22	0.36	2110.23	2.10	72.99	1.00
Std_5	0.250	636.23	0.94	13.33	0.18	1121.34	0.50	136.33	0.77
Std_6	0.500	571.23	0.43	122.22	0.80	2563.22	0.58	1125.34	2.98
Std_7	1.000	821.02	0.31	33.22	0.11	4112.23	0.46	1141.22	1.62
Std_8	2.000	3054.23	0.65	57.22	0.11	5632.34	0.35	505.34	0.36
Std_9	3.000	3485.34	0.50	945.34	1.21	8566.33	0.35	654.34	0.31
Std_10	4.000	1225.67	0.13	741.22	0.77	8955.22	0.28	1264.33	0.46
Std_11	5.000	1771.22	0.16	271.23	0.24	7111.23	0.17	801.23	0.24
Std_12	7.500	3154.27	0.19	-----	-----	-----	-----	3689.23	0.73
Std_13	10.000	3541.23	0.17	-----	-----	-----	-----	1584.23	0.24
Std_14	15.000	4121.23	0.15	-----	-----	-----	-----	5001.22	0.53
Std_15	20.000	-----	-----	-----	-----	-----	-----	5726.33	0.47
Std_16	25.000	-----	-----	-----	-----	-----	-----	2985.66	0.20

$$RSD, \% = \frac{SD}{\bar{x}} \cdot 100$$

$\bar{x}$ : ortalama emisyon şiddeti değeri



Şekil 3.1. Tablo 3.1 verileri kullanılarak Ca ve Mg elementleri için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri (Kal-1 grafikleri en geniş aralıktaki grafiklerdir. Kal-2 grafikleri en küçük derişimlerle en dar aralıkta çizilen grafiklerdir. Kal-3 grafikleri ise Ca ve Mg için genel çalışma aralığı grafikleridir.)



Şekil 3.2. Tablo 3.1 verileri kullanılarak Na ve K elementleri için 3 farklı aralıktaki kalibrasyon grafikleri (Kal-1 grafikleri en geniş aralıktaki grafiklerdir. Kal-2 grafikleri en küçük derişimlerle en dar aralıktaki çizilen grafiklerdir. Kal-3 grafikleri ise Na ve K için genel çalışma aralığı grafikleridir.)

Yapılan kalibrasyon çalışmalarında cihazdan elde edilen veriler ile başlangıçta hazırlanan standart çözeltilerin konsantrasyonları karşılaştırılarak yapılan analizin hata payı hesaplanmıştır. Elde edilen bu hata payının  $\pm 5\%$  olması, hatanın kabul edilebilir aralıktaki olduğuna işaret eder.

$$\%Hata = \frac{C_N - C}{C} \times 100 \quad (3.1)$$

$C$  : Stok çözülden eyrelterek hazırlanan std çözelti derişimi (mg/L)

$C_N$  : Cihazda ilgili kalibrasyonda ölçülen std çözelti derişimi (mg/L)

Tablo 3.3. Üç farklı kalibrasyonda Ca için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	-0.041	-505.68	<b>0.010</b>	<b>1.26</b>	-0.086	-958.80
Std_2	0.025	-0.022	-186.37	<b>0.026</b>	<b>4.50</b>	-0.067	-367.17
Std_3	0.050	0.009	-82.47	<b>0.052</b>	<b>3.44</b>	-0.036	-172.52
Std_4	0.100	0.065	-35.35	<b>0.099</b>	<b>-1.15</b>	0.020	-80.04
Std_5	0.250	<b>0.251</b>	<b>0.56</b>	<b>0.256</b>	<b>2.52</b>	0.208	-16.88
Std_6	0.500	0.539	7.88	<b>0.499</b>	<b>-0.17</b>	<b>0.497</b>	<b>-0.50</b>
Std_7	1.000	1.121	12.14	<b>0.990</b>	<b>-1.02</b>	<b>1.083</b>	<b>8.29</b>
Std_8	2.000	<b>2.051</b>	<b>2.55</b>	1.774	-11.31	<b>2.018</b>	<b>0.90</b>
Std_9	3.000	<b>3.069</b>	<b>2.31</b>	2.632	-12.26	<b>3.042</b>	<b>1.40</b>
Std_10	4.000	<b>4.052</b>	<b>1.31</b>	3.461	-13.47	<b>4.031</b>	<b>0.78</b>
Std_11	5.000	<b>4.942</b>	<b>-1.15</b>	4.211	-15.77	<b>4.926</b>	<b>-1.48</b>
Std_12	7.500	<b>7.451</b>	<b>-0.65</b>	6.327	-15.64	<b>7.450</b>	<b>-0.67</b>
Std_13	10.00	9.336	-6.64	7.916	-20.84	9.346	-6.54
Std_14	15.00	12.069	-19.54	10.220	-31.87	12.094	-19.37

Not: Bu tablo, her bir std çözelti konsantrasyonu için cihazdan okunan emisyon şiddeti değerleri, üç farklı kalibrasyon grafiğinden elde edilen doğrusal formüllerdeki y'nin yerine konularak yeni x konsantrasyon değerleri elde edilerek oluşturulmuştur.

C<sub>0</sub>: Başlangıç std çözelti konsantrasyonu

C<sub>1</sub>: Kal-1'de hesaplanan std çözelti konsantrasyonu

C<sub>2</sub>: Kal-2'de hesaplanan std çözelti konsantrasyonu

C<sub>3</sub>: Kal-3'te hesaplanan std çözelti konsantrasyonu

Tablo 3.4. Üç farklı kalibrasyonda Mg için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	-0.016	-264.65	<b>0.009</b>	<b>-6.99</b>	-0.036	-462.99
Std_2	0.025	0.000	-100.55	<b>0.024</b>	<b>-2.79</b>	-0.020	-179.28
Std_3	0.050	0.028	-43.94	<b>0.050</b>	<b>0.35</b>	0.009	-82.78
Std_4	0.100	0.082	-17.56	<b>0.100</b>	<b>0.16</b>	0.064	-36.48
Std_5	0.250	<b>0.262</b>	<b>4.97</b>	0.265	6.20	<b>0.245</b>	<b>-1.93</b>
Std_6	0.500	<b>0.555</b>	<b>11.02</b>	0.534	6.88	<b>0.541</b>	<b>8.12</b>
Std_7	1.000	<b>1.082</b>	<b>8.21</b>	1.018	1.85	<b>1.072</b>	<b>7.25</b>
Std_8	2.000	<b>2.010</b>	<b>0.49</b>	1.871	-6.47	<b>2.009</b>	<b>0.44</b>
Std_9	3.000	<b>2.957</b>	<b>-1.43</b>	2.741	-8.63	<b>2.965</b>	<b>-1.17</b>
Std_10	4.000	3.656	-8.59	3.383	-15.42	3.671	-8.23
Std_11	5.000	4.318	-13.65	3.991	-20.18	4.338	-13.24

Tablo 3.5. Üç farklı kalibrasyonda Na için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	-0.004	-138.52	0.013	28.63	-0.011	-208.40
Std_2	0.025	0.013	-49.03	<b>0.027</b>	<b>6.66</b>	0.006	-76.84
Std_3	0.050	0.041	-18.34	<b>0.050</b>	<b>0.06</b>	0.034	-32.12
Std_4	0.100	<b>0.100</b>	<b>0.05</b>	<b>0.099</b>	<b>-0.72</b>	<b>0.093</b>	<b>-6.72</b>
Std_5	0.250	<b>0.251</b>	<b>0.32</b>	0.225	-10.13	<b>0.244</b>	<b>-2.26</b>
Std_6	0.500	<b>0.524</b>	<b>4.85</b>	0.452	-9.58	<b>0.518</b>	<b>3.67</b>
Std_7	1.000	<b>1.074</b>	<b>7.37</b>	0.909	-9.09	<b>1.069</b>	<b>6.90</b>
Std_8	2.000	<b>1.981</b>	<b>-0.93</b>	1.664	-16.79	<b>1.979</b>	<b>-1.07</b>
Std_9	3.000	<b>3.032</b>	<b>1.05</b>	2.538	-15.41	<b>3.031</b>	<b>1.04</b>
Std_10	4.000	<b>3.880</b>	<b>-3.01</b>	3.243	-18.93	<b>3.881</b>	<b>-2.98</b>
Std_11	5.000	<b>5.068</b>	<b>1.36</b>	4.231	-15.38	<b>5.072</b>	<b>1.43</b>

Tablo 3.6. Üç farklı kalibrasyonda K için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

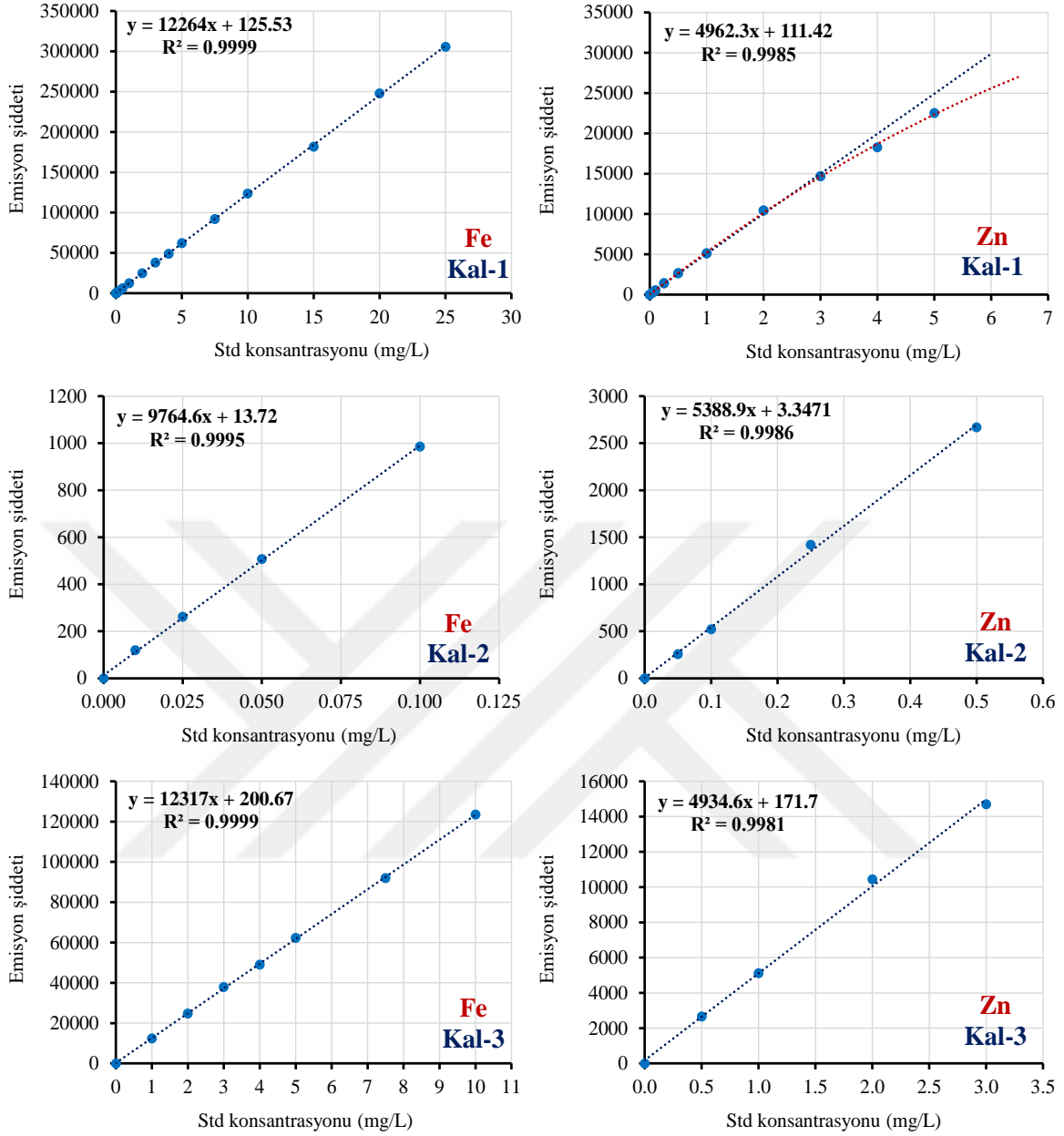
Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	-0.079	-889.43	0.009	-8.89	-0.046	-561.54
Std_2	0.025	-0.062	-346.26	<b>0.024</b>	<b>-2.96</b>	-0.029	-217.45
Std_3	0.050	-0.030	-159.04	<b>0.052</b>	<b>4.39</b>	0.002	-96.79
Std_4	0.100	0.024	-75.63	<b>0.099</b>	<b>-0.82</b>	0.054	-46.32
Std_5	0.250	0.187	-25.17	<b>0.241</b>	<b>-3.59</b>	0.211	-15.63
Std_6	0.500	<b>0.498</b>	<b>-0.32</b>	<b>0.512</b>	<b>2.49</b>	<b>0.512</b>	<b>2.36</b>
Std_7	1.000	<b>1.005</b>	<b>0.53</b>	<b>0.954</b>	<b>-4.57</b>	<b>1.002</b>	<b>0.16</b>
Std_8	2.000	<b>2.069</b>	<b>3.43</b>	1.881	-5.94	<b>2.029</b>	<b>1.45</b>
Std_9	3.000	<b>3.149</b>	<b>4.98</b>	2.824	-5.88	<b>3.074</b>	<b>2.45</b>
Std_10	4.000	<b>4.149</b>	<b>3.71</b>	3.694	-7.64	<b>4.039</b>	<b>0.98</b>
Std_11	5.000	<b>5.053</b>	<b>1.05</b>	4.483	-10.35	<b>4.913</b>	<b>-1.75</b>
Std_12	7.500	<b>7.755</b>	<b>3.40</b>	6.838	-8.82	<b>7.524</b>	<b>0.32</b>
Std_13	10.00	<b>10.080</b>	<b>0.80</b>	8.866	-11.34	<b>9.771</b>	<b>-2.29</b>
Std_14	15.00	<b>14.725</b>	<b>-1.84</b>	12.914	-13.91	<b>14.259</b>	<b>-4.94</b>
Std_15	20.00	18.833	-5.83	16.496	-17.52	18.230	-8.85
Std_16	25.00	22.738	-9.05	19.900	-20.40	22.003	-11.99

Tablo 3.7. Fe, Zn, Cu, Al ve Mn elementleri için sinyal (emisyon şiddeti) ve konsantrasyona (mg/L) karşı çizilen kalibrasyon grafiği verileri (Ölçüm sayısı N: 3, seçilen dalga boyları (nm), Fe: 371.993, Zn: 213.857, Cu: 324.754, Al: 396.152, Mn: 403.076)

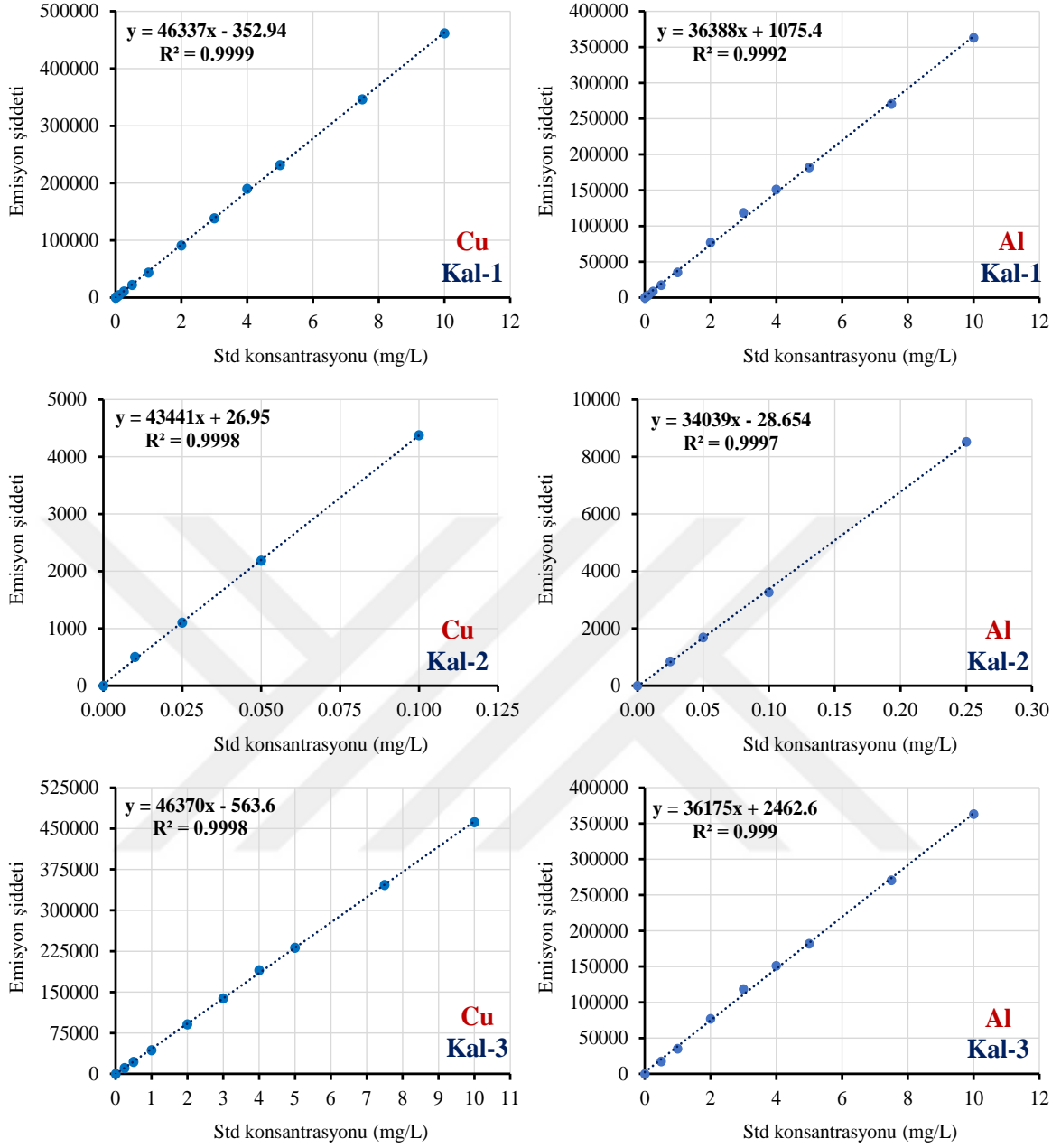
Kodu	C, mg/L	Sinyal (emisyon şiddeti) değerleri				
		Fe	Zn	Cu	Al	Mn
Std_0	0.000	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Std_1	0.010	120.0	-----	505.3	-----	501.2
Std_2	0.025	262.2	-----	1104.3	851.2	981.2
Std_3	0.050	507.3	256.3	2186.7	1686.3	1885.7
Std_4	0.100	985.6	521.2	4374.9	3266.8	3774.0
Std_5	0.250	2936.0	1420.5	10761.9	8519.0	9534.1
Std_6	0.500	6114.1	2668.6	22068.2	17495.2	19380.9
Std_7	1.000	12424.4	5124.0	43601.3	35405.4	38969.4
Std_8	2.000	24725.5	10446.5	90993.8	77208.1	83603.5
Std_9	3.000	37939.5	14694.3	138546.3	118546.6	125206.0
Std_10	4.000	49012.2	18278.6	190236.2	151236.9	165125.2
Std_11	5.000	62287.1	22527.4	231521.3	182111.6	196036.1
Std_12	7.500	91956.7	-----	346569.3	270699.3	291456.3
Std_13	10.00	123565.3	-----	461856.7	363225.5	401775.7
Std_14	15.00	181659.7	-----	-----	-----	585663.4
Std_15	20.00	247865.7	-----	-----	-----	780566.2
Std_16	25.00	305698.7	-----	-----	-----	958636.6

Tablo 3.8. Fe, Zn, Cu, Al ve Mn elementleri için çizilen kalibrasyon grafiği verilerine ait standart sapma (SD) ve bağıl standart sapma (RSD) değerleri

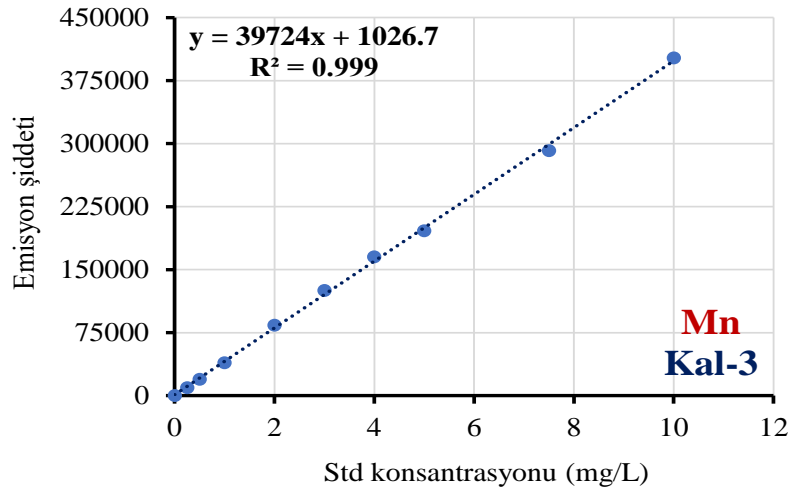
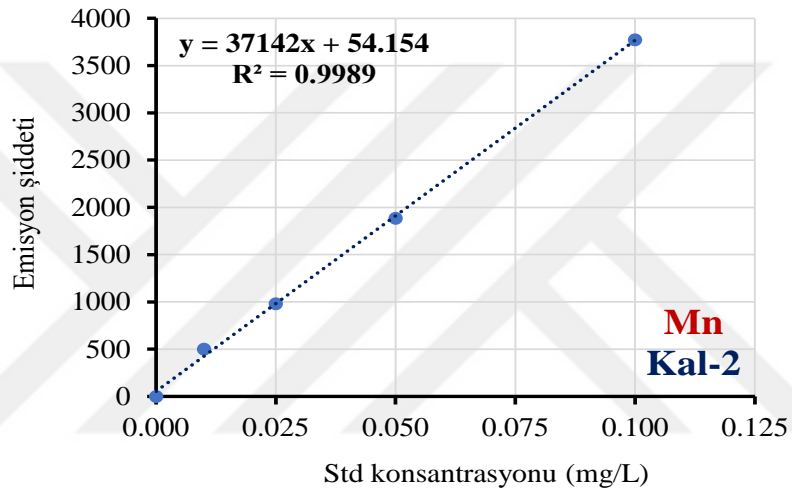
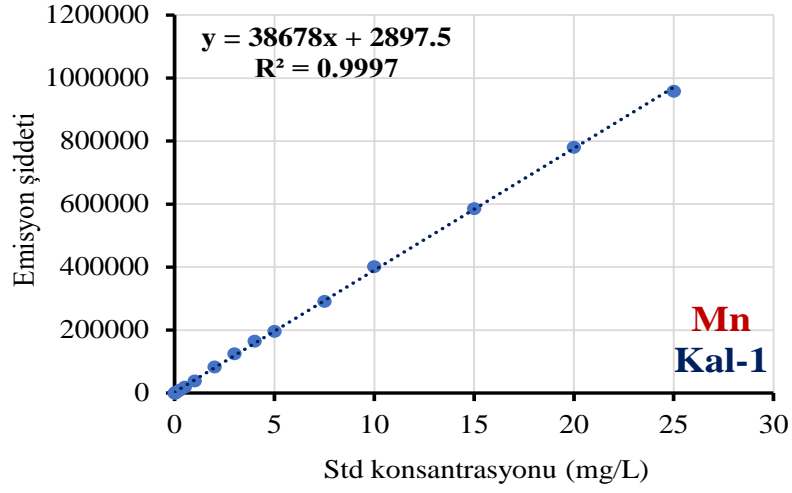
Kodu	C, mg/L	Fe		Zn		Cu		Al		Mn	
		SD	RSD, %	SD	RSD, %	SD	RSD, %	SD	RSD, %	SD	RSD, %
Std_1	0.010	5.35	4.46	-----	-----	18.50	3.66	-----	-----	11.33	2.26
Std_2	0.025	8.55	3.26	-----	-----	24.52	2.22	13.96	1.64	16.58	1.69
Std_3	0.050	5.17	1.02	10.79	4.21	28.21	1.29	21.59	1.28	2.07	0.11
Std_4	0.100	5.32	0.54	17.51	3.36	49.00	1.12	23.52	0.72	5.66	0.15
Std_5	0.250	21.14	0.72	30.68	2.16	60.27	0.56	43.45	0.51	6.67	0.07
Std_6	0.500	30.57	0.50	29.89	1.12	19.86	0.09	62.98	0.36	17.44	0.09
Std_7	1.000	124.24	1.00	28.69	0.56	52.32	0.12	74.35	0.21	58.45	0.15
Std_8	2.000	116.21	0.47	21.94	0.21	200.19	0.22	115.81	0.15	217.37	0.26
Std_9	3.000	98.64	0.26	52.90	0.36	498.77	0.36	165.97	0.14	676.11	0.54
Std_10	4.000	235.26	0.48	106.02	0.58	266.33	0.14	272.23	0.18	1287.98	0.78
Std_11	5.000	348.81	0.56	148.68	0.66	486.19	0.21	145.69	0.08	431.28	0.22
Std_12	7.500	974.74	1.06	-----	-----	623.82	0.18	839.17	0.31	1923.61	0.66
Std_13	10.000	852.60	0.69	-----	-----	554.23	0.12	944.39	0.26	2973.14	0.74
Std_14	15.000	708.47	0.39	-----	-----	-----	-----	-----	-----	1522.72	0.26
Std_15	20.000	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	1405.02	0.18
Std_16	25.000	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	2013.14	0.21



Şekil 3.3. Tablo 3.7 verileri kullanılarak Fe ve Zn elementleri için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri (Kal-1 grafikleri en geniş aralıktaki grafiklerdir. Kal-2 grafikleri en küçük derişimlerle en dar aralıkta çizilen grafiklerdir. Kal-3 grafikleri ise Fe ve Zn için genel çalışma aralığı grafikleridir.)



Şekil 3.4. Tablo 3.7 verileri kullanılarak Cu ve Al elementleri için 3 farklı aralıktaki kalibrasyon grafikleri (Kal-1 grafikleri en geniş aralıktaki grafiklerdir. Kal-2 grafikleri en küçük derişimlerle en dar aralıktaki çizilen grafiklerdir. Kal-3 grafikleri ise Cu ve Al için genel çalışma aralığı grafikleridir.)



Şekil 3.5. Tablo 3.7 verileri kullanılarak Mn elementi için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri (Kal-1 grafiği en geniş aralıktaki grafik, Kal-2 grafiği en küçük derişimlerle en dar aralıkta çizilen grafik, Kal-3 grafiği ise Mn için genel çalışma aralığı grafiğidir.)

Tablo 3.9. Üç farklı kalibrasyonda Fe için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	0.000	-104.51	0.011	8.84	-0.007	-165.49
Std_2	0.025	0.011	-55.42	<b>0.025</b>	<b>1.80</b>	0.005	-80.01
Std_3	0.050	0.031	-37.75	<b>0.051</b>	<b>1.09</b>	0.025	-50.22
Std_4	0.100	0.070	-29.87	<b>0.100</b>	<b>-0.47</b>	0.064	-36.28
Std_5	0.250	0.229	-8.33	0.299	19.71	0.222	-11.17
Std_6	0.500	<b>0.488</b>	<b>-2.34</b>	0.625	24.95	<b>0.480</b>	<b>-3.98</b>
Std_7	1.000	<b>1.003</b>	<b>0.28</b>	1.271	27.10	<b>0.992</b>	<b>-0.76</b>
Std_8	2.000	<b>2.006</b>	<b>0.29</b>	2.531	26.54	<b>1.991</b>	<b>-0.44</b>
Std_9	3.000	<b>3.083</b>	<b>2.78</b>	3.884	29.47	<b>3.064</b>	<b>2.13</b>
Std_10	4.000	<b>3.986</b>	<b>-0.35</b>	5.018	25.45	<b>3.963</b>	<b>-0.93</b>
Std_11	5.000	<b>5.069</b>	<b>1.37</b>	6.377	27.55	<b>5.041</b>	<b>0.81</b>
Std_12	7.500	<b>7.488</b>	<b>-0.16</b>	9.416	25.55	<b>7.450</b>	<b>-0.67</b>
Std_13	10.00	<b>10.065</b>	<b>0.65</b>	12.653	26.53	<b>10.016</b>	<b>0.16</b>
Std_14	15.00	<b>14.802</b>	<b>-1.32</b>	18.602	24.02	<b>14.732</b>	<b>-1.78</b>
Std_15	20.00	<b>20.201</b>	<b>1.00</b>	25.383	26.91	<b>20.108</b>	<b>0.54</b>
Std_16	25.00	<b>24.916</b>	<b>-0.33</b>	31.305	25.22	<b>24.803</b>	<b>-0.79</b>

Tablo 3.10. Üç farklı kalibrasyonda Zn için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_3	0.050	0.029	-41.60	<b>0.047</b>	<b>-6.11</b>	0.017	-65.70
Std_4	0.100	0.083	-17.42	<b>0.096</b>	<b>-3.90</b>	0.071	-29.17
Std_5	0.250	<b>0.264</b>	<b>5.52</b>	<b>0.263</b>	<b>5.19</b>	<b>0.253</b>	<b>1.23</b>
Std_6	0.500	<b>0.515</b>	<b>3.07</b>	<b>0.495</b>	<b>-1.08</b>	<b>0.506</b>	<b>1.20</b>
Std_7	1.000	<b>1.010</b>	<b>1.01</b>	<b>0.950</b>	<b>-4.98</b>	<b>1.004</b>	<b>0.36</b>
Std_8	2.000	<b>2.083</b>	<b>4.14</b>	<b>1.938</b>	<b>-3.11</b>	<b>2.082</b>	<b>4.11</b>
Std_9	3.000	<b>2.939</b>	<b>-2.04</b>	2.726	-9.13	<b>2.943</b>	<b>-1.90</b>
Std_10	4.000	3.661	-8.47	3.391	-15.22	3.669	-8.27
Std_11	5.000	4.517	-9.65	4.180	-16.41	4.530	-9.39

Tablo 3.11. Üç farklı kalibrasyonda Cu için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	0.019	85.22	0.011	10.12	0.023	130.52
Std_2	0.025	0.031	25.80	<b>0.025</b>	<b>-0.80</b>	0.036	43.88
Std_3	0.050	0.055	9.61	<b>0.050</b>	<b>-0.57</b>	0.059	18.62
Std_4	0.100	<b>0.102</b>	<b>2.03</b>	<b>0.100</b>	<b>0.09</b>	0.107	6.50
Std_5	0.250	<b>0.240</b>	<b>-4.05</b>	<b>0.247</b>	<b>-1.15</b>	<b>0.244</b>	<b>-2.30</b>
Std_6	0.500	<b>0.484</b>	<b>-3.23</b>	<b>0.507</b>	<b>1.48</b>	<b>0.488</b>	<b>-2.39</b>
Std_7	1.000	<b>0.949</b>	<b>-5.14</b>	<b>1.003</b>	<b>0.31</b>	<b>0.952</b>	<b>-4.76</b>
Std_8	2.000	<b>1.971</b>	<b>-1.43</b>	<b>2.094</b>	<b>4.70</b>	<b>1.974</b>	<b>-1.28</b>
Std_9	3.000	<b>2.998</b>	<b>-0.08</b>	3.189	6.29	<b>3.000</b>	<b>0.00</b>
Std_10	4.000	<b>4.113</b>	<b>2.83</b>	4.379	9.46	<b>4.115</b>	<b>2.87</b>
Std_11	5.000	<b>5.004</b>	<b>0.08</b>	5.329	6.58	<b>5.005</b>	<b>0.10</b>
Std_12	7.500	<b>7.487</b>	<b>-0.17</b>	7.977	6.36	<b>7.486</b>	<b>-0.18</b>
Std_13	10.00	<b>9.975</b>	<b>-0.25</b>	10.631	6.31	<b>9.972</b>	<b>-0.28</b>

Tablo 3.12. Üç farklı kalibrasyonda Al için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_2	0.025	-0.006	-124.64	<b>0.026</b>	<b>3.40</b>	-0.045	-278.18
Std_3	0.050	0.017	-66.42	<b>0.050</b>	<b>0.77</b>	-0.021	-142.92
Std_4	0.100	0.060	-39.78	<b>0.097</b>	<b>-3.19</b>	0.022	-77.77
Std_5	0.250	0.205	-18.18	<b>0.251</b>	<b>0.45</b>	0.167	-33.03
Std_6	0.500	0.451	-9.75	<b>0.515</b>	<b>2.96</b>	0.416	-16.89
Std_7	1.000	<b>0.943</b>	<b>-5.66</b>	<b>1.041</b>	<b>4.10</b>	0.911	-8.94
Std_8	2.000	<b>2.092</b>	<b>4.61</b>	2.269	13.45	<b>2.066</b>	<b>3.31</b>
Std_9	3.000	3.228	7.61	3.484	16.12	3.209	6.97
Std_10	4.000	<b>4.127</b>	<b>3.17</b>	4.444	11.10	<b>4.113</b>	<b>2.82</b>
Std_11	5.000	<b>4.975</b>	<b>-0.50</b>	5.351	7.02	<b>4.966</b>	<b>-0.68</b>
Std_12	7.500	<b>7.410</b>	<b>-1.20</b>	7.953	6.05	<b>7.415</b>	<b>-1.13</b>
Std_13	10.00	<b>9.952</b>	<b>-0.48</b>	10.672	6.72	9.973	<b>-0.27</b>

Tablo 3.13. Üç farklı kalibrasyonda Mn için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

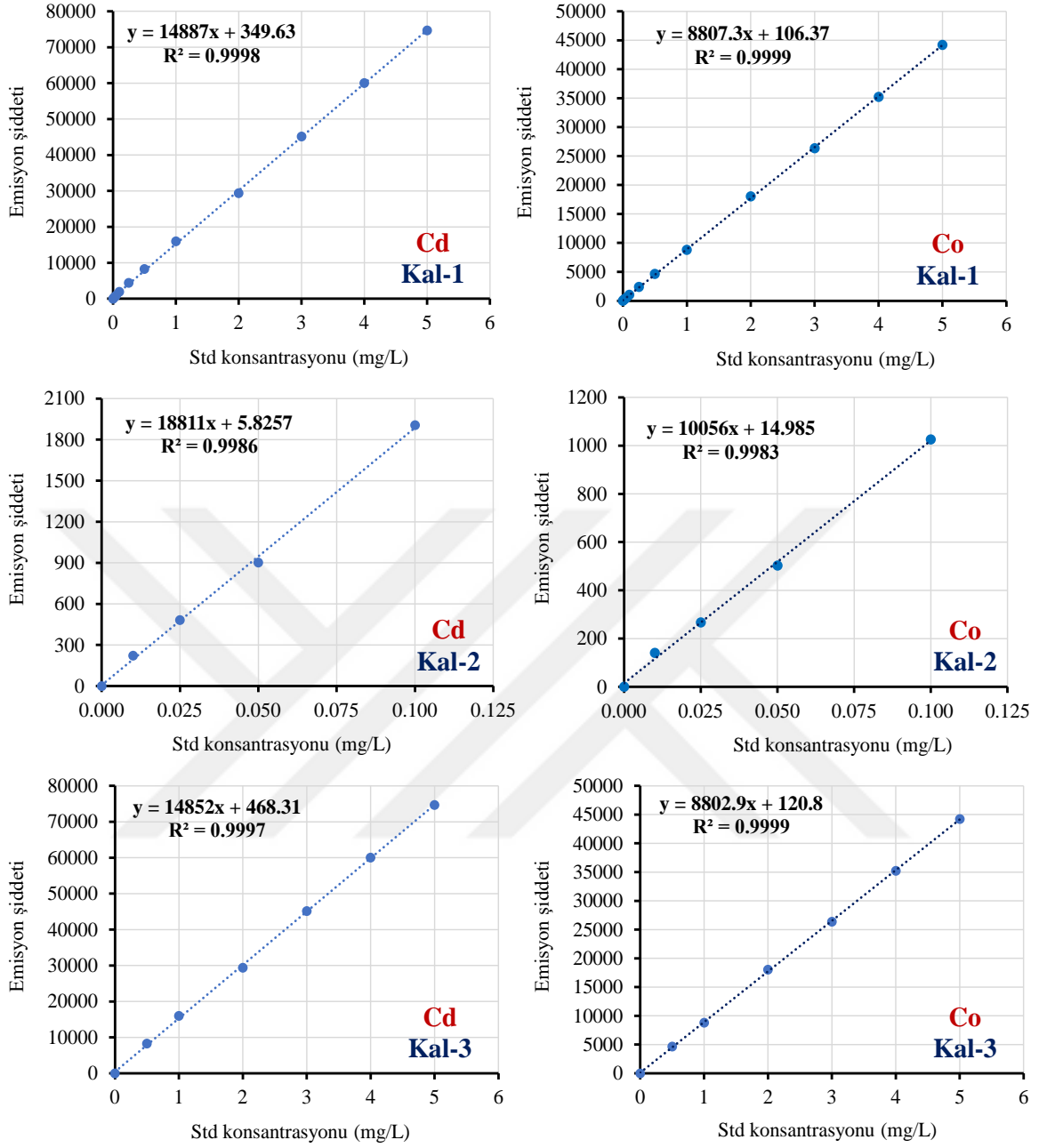
Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	-0.062	-719.55	0.01	20.37	-0.013	-232.28
Std_2	0.025	-0.050	-298.18	<b>0.02</b>	<b>-0.16</b>	-0.001	-104.58
Std_3	0.050	-0.026	-152.32	<b>0.05</b>	<b>-1.38</b>	0.022	-56.75
Std_4	0.100	0.023	-77.34	<b>0.10</b>	<b>0.15</b>	0.069	-30.84
Std_5	0.250	0.172	-31.37	<b>0.26</b>	<b>2.09</b>	0.214	-14.34
Std_6	0.500	0.426	-14.77	<b>0.52</b>	<b>4.07</b>	0.462	-7.59
Std_7	1.000	0.933	-6.74	<b>1.05</b>	<b>4.77</b>	<b>0.955</b>	<b>-4.48</b>
Std_8	2.000	<b>2.087</b>	<b>4.33</b>	2.25	12.47	<b>2.079</b>	<b>3.94</b>
Std_9	3.000	<b>3.162</b>	<b>5.41</b>	3.37	12.32	<b>3.126</b>	<b>4.20</b>
Std_10	4.000	<b>4.194</b>	<b>4.86</b>	4.44	11.11	<b>4.131</b>	<b>3.27</b>
Std_11	5.000	<b>4.994</b>	<b>-0.13</b>	5.28	5.53	<b>4.909</b>	<b>-1.82</b>
Std_12	7.500	<b>7.461</b>	<b>-0.53</b>	<b>7.85</b>	<b>4.61</b>	<b>7.311</b>	<b>-2.52</b>
Std_13	10.00	<b>10.313</b>	<b>3.13</b>	10.82	8.16	<b>10.088</b>	<b>0.88</b>
Std_14	15.00	<b>15.067</b>	<b>0.45</b>	<b>15.77</b>	<b>5.11</b>	<b>14.717</b>	<b>-1.88</b>
Std_15	20.00	<b>20.106</b>	<b>0.53</b>	<b>21.01</b>	<b>5.07</b>	<b>19.624</b>	<b>-1.88</b>
Std_16	25.00	<b>24.710</b>	<b>-1.16</b>	<b>25.81</b>	<b>3.23</b>	<b>24.107</b>	<b>-3.57</b>

Tablo 3.14. Cd, Co, Ni, Pb ve Cr elementleri için sinyal (emiyon şiddeti) ve konsantrasyona (mg/L) karşı çizilen kalibrasyon grafiği verileri (Ölçüm sayısı N: 3, seçilen dalga boyları (nm), Cd: 228.802, Co: 340.512, Ni: 352.454, Pb: 405.781, Cr: 425.433)

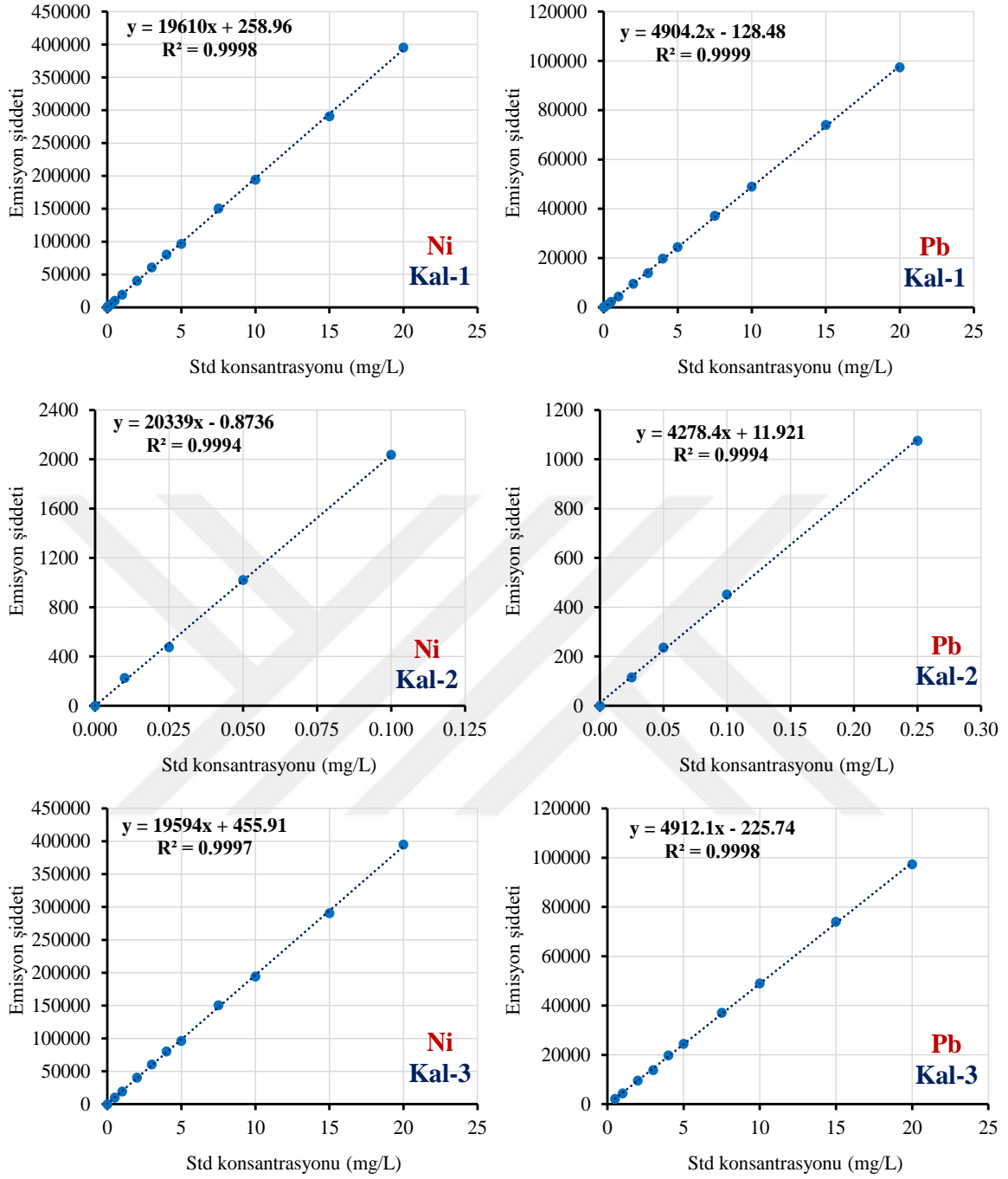
Kodu	C, mg/L	Sinyal (emiyon şiddeti) değerleri				
		Cd	Co	Ni	Pb	Cr
Std_0	0.000	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Std_1	0.010	221.2	140.6	225.7	-----	1265.3
Std_2	0.025	481.3	266.6	475.2	115.2	2896.5
Std_3	0.050	901.2	502.4	1021.3	236.3	5426.2
Std_4	0.100	1905.5	1025.7	2036.2	451.2	10995.2
Std_5	0.250	4421.2	2395.6	4982.3	1075.2	26125.2
Std_6	0.500	8282.7	4653.7	10036.3	2212.4	51657.7
Std_7	1.000	15958.5	8800.9	19400.9	4375.3	100636.8
Std_8	2.000	29380.6	18042.6	40351.3	9559.7	209724.1
Std_9	3.000	45145.4	26365.3	60621.2	13885.2	307215.2
Std_10	4.000	60054.2	35216.3	80216.4	19765.2	404625.2
Std_11	5.000	74665.5	44211.7	96421.5	24465.2	505365.2
Std_12	7.500	-----	-----	150466.1	37121.3	769326.3
Std_13	10.00	-----	-----	194215.1	48995.2	1019566.2
Std_14	15.00	-----	-----	290542.3	74021.3	-----
Std_15	20.00	-----	-----	395126.3	97365.2	-----
Std_16	25.00	-----	-----	-----	-----	-----

Tablo 3.15. Ca, Mg, Na ve K elementleri için çizilen kalibrasyon grafiği verilerine ait standart sapma (SD) ve bağıl standart sapma (RSD) değerleri

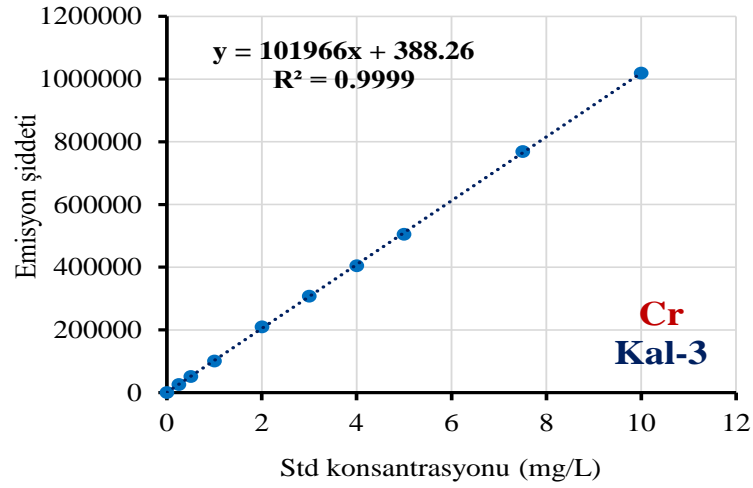
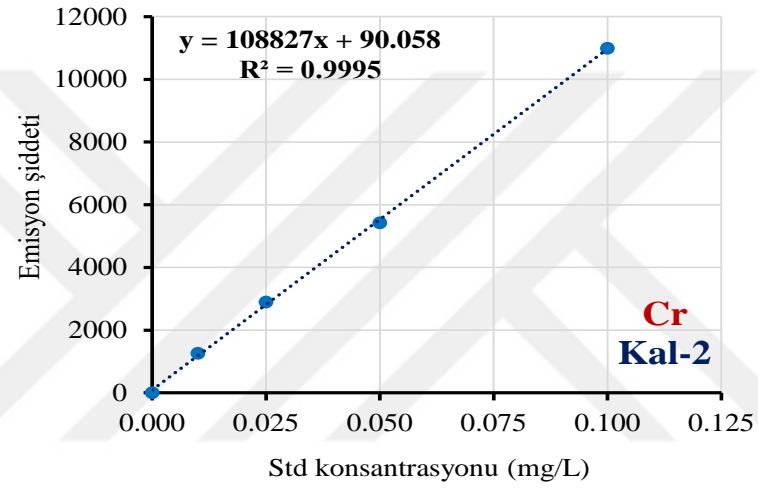
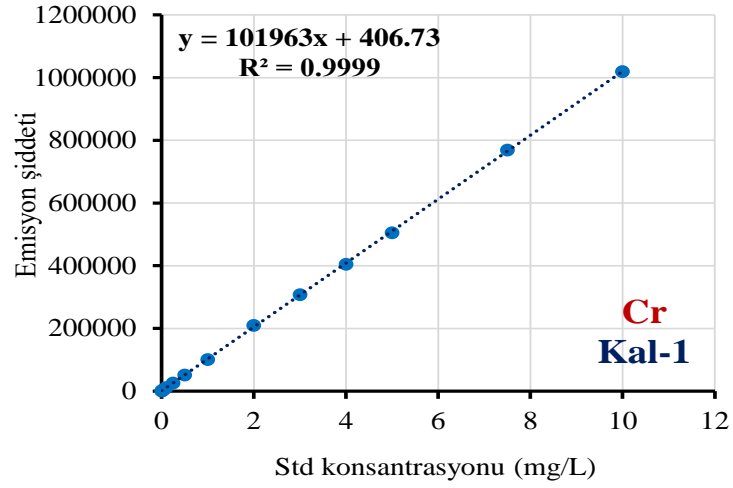
Kodu	C, mg/L	Cd		Co		Ni		Pb		Cr	
		SD	RSD, %	SD	RSD, %	SD	RSD, %	SD	RSD, %	SD	RSD, %
Std_1	0.010	6.12	2.77	10.6	7.51	10.70	4.74	-----	-----	28.66	2.27
Std_2	0.025	9.26	1.92	14.2	5.34	12.23	2.57	10.97	9.52	34.67	1.20
Std_3	0.050	6.22	0.69	8.67	1.72	14.34	1.40	10.27	4.35	21.23	0.39
Std_4	0.100	5.67	0.30	6.63	0.65	30.66	1.51	10.24	2.27	56.67	0.52
Std_5	0.250	24.22	0.55	20.26	0.85	24.67	0.50	18.24	1.70	158.67	0.61
Std_6	0.500	38.60	0.47	18.70	0.40	26.37	0.26	26.67	1.21	300.32	0.58
Std_7	1.000	120.25	0.75	30.26	0.34	60.37	0.31	35.67	0.82	521.34	0.52
Std_8	2.000	136.67	0.47	31.23	0.17	181.26	0.45	100.24	1.05	1231.23	0.59
Std_9	3.000	90.26	0.20	61.24	0.23	374.70	0.62	121.56	0.88	2563.37	0.83
Std_10	4.000	212.37	0.35	122.34	0.35	184.70	0.23	221.23	1.12	4865.66	1.20
Std_11	5.000	311.27	0.42	161.26	0.36	266.99	0.28	161.22	0.66	5621.22	1.11
Std_12	7.500	-----	-----	-----	-----	303.37	0.20	498.67	1.34	5124.34	0.67
Std_13	10.000	-----	-----	-----	-----	511.26	0.26	136.67	0.28	5215.37	0.51
Std_14	15.000	-----	-----	-----	-----	451.70	0.16	884.2	1.19	-----	-----
Std_15	20.000	-----	-----	-----	-----	505.70	0.13	821.2	0.84	-----	-----
Std_16	25.000	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----



Şekil 3.6. Tablo 3.14 verileri kullanılarak Cd ve Co elementleri için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri (Kal-1 grafikleri en geniş aralıktaki grafiklerdir. Kal-2 grafikleri en küçük derişimlerle en dar aralıkta çizilen grafiklerdir. Kal-3 grafikleri ise Cd ve Co için genel çalışma aralığı grafikleridir.)



Şekil 3.7. Tablo 3.14 verileri kullanılarak Ni ve Pb elementleri için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri (Kal-1 grafikleri en geniş aralıktaki grafiklerdir. Kal-2 grafikleri en küçük derişimlerle en dar aralıkta çizilen grafiklerdir. Kal-3 grafikleri ise Ni ve Pb için genel çalışma aralığı grafikleridir.)



Şekil 3.8. Tablo 3.14 verileri kullanılarak Cr elementi için 3 farklı aralıkta kalibrasyon grafikleri (Kal-1 grafiği en geniş aralıktaki grafiklerdir. Kal-2 grafiği en küçük derişimlerle en dar aralıkta çizilen grafiklerdir. Kal-3 grafiği ise Cr için genel çalışma aralığı grafiğidir.)

Tablo 3.16. Üç farklı kalibrasyonda Cd için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	-0.009	-186.25	0.011	14.51	-0.017	-266.36
Std_2	0.025	0.009	-64.63	<b>0.025</b>	<b>1.10</b>	0.001	-96.51
Std_3	0.050	0.037	-25.90	<b>0.048</b>	<b>-4.80</b>	0.029	-41.70
Std_4	0.100	<b>0.105</b>	<b>4.52</b>	<b>0.101</b>	<b>0.99</b>	<b>0.097</b>	<b>-3.23</b>
Std_5	0.250	0.274	9.40	0.235	-6.11	0.266	6.46
Std_6	0.500	0.533	6.58	0.440	-12.00	<b>0.526</b>	<b>5.23</b>
Std_7	1.000	<b>1.048</b>	<b>4.85</b>	0.848	-15.19	<b>1.043</b>	<b>4.30</b>
Std_8	2.000	<b>1.950</b>	<b>-2.50</b>	1.562	-21.92	<b>1.947</b>	<b>-2.67</b>
Std_9	3.000	<b>3.009</b>	<b>0.30</b>	2.400	-20.01	<b>3.008</b>	<b>0.27</b>
Std_10	4.000	<b>4.011</b>	<b>0.26</b>	3.192	-20.20	<b>4.012</b>	<b>0.30</b>
Std_11	5.000	<b>4.992</b>	<b>-0.16</b>	3.969	-20.62	<b>4.996</b>	<b>-0.08</b>

Tablo 3.17. Üç farklı kalibrasyonda Co için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	0.004	-61.19	0.012	24.87	0.002	-77.56
Std_2	0.025	0.018	-27.25	<b>0.025</b>	<b>0.07</b>	0.017	-33.77
Std_3	0.050	0.045	-10.06	<b>0.048</b>	<b>-3.05</b>	0.043	-13.29
Std_4	0.100	<b>0.104</b>	<b>4.38</b>	<b>0.101</b>	<b>0.51</b>	<b>0.103</b>	<b>2.79</b>
Std_5	0.250	<b>0.260</b>	<b>3.97</b>	<b>0.237</b>	<b>-5.31</b>	<b>0.258</b>	<b>3.36</b>
Std_6	0.500	<b>0.516</b>	<b>3.26</b>	0.461	-7.74	<b>0.515</b>	<b>2.99</b>
Std_7	1.000	<b>0.987</b>	<b>-1.28</b>	0.874	-12.63	<b>0.986</b>	<b>-1.40</b>
Std_8	2.000	<b>2.037</b>	<b>1.83</b>	1.793	-10.36	<b>2.036</b>	<b>1.80</b>
Std_9	3.000	<b>2.981</b>	<b>-0.62</b>	2.620	-12.65	<b>2.981</b>	<b>-0.62</b>
Std_10	4.000	<b>3.986</b>	<b>-0.34</b>	3.501	-12.49	<b>3.987</b>	<b>-0.33</b>
Std_11	5.000	<b>5.008</b>	<b>0.16</b>	4.395	-12.10	<b>5.009</b>	<b>0.17</b>

Tablo 3.18. Üç farklı kalibrasyonda Ni için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>o</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	-0.002	-116.98	0.011	11.38	-0.012	-217.51
Std_2	0.025	0.011	-55.89	0.023	-6.37	0.001	-96.06
Std_3	0.050	0.039	-22.25	<b>0.050</b>	<b>0.51</b>	0.029	-42.29
Std_4	0.100	0.091	-9.37	<b>0.100</b>	<b>0.16</b>	0.081	-19.35
Std_5	0.250	<b>0.241</b>	<b>-3.66</b>	<b>0.245</b>	<b>-2.00</b>	0.231	-7.60
Std_6	0.500	<b>0.499</b>	<b>-0.28</b>	<b>0.493</b>	<b>-1.30</b>	<b>0.489</b>	<b>-2.21</b>
Std_7	1.000	<b>0.976</b>	<b>-2.39</b>	<b>0.954</b>	<b>-4.61</b>	<b>0.967</b>	<b>-3.31</b>
Std_8	2.000	<b>2.044</b>	<b>2.22</b>	<b>1.984</b>	<b>-0.80</b>	<b>2.036</b>	<b>1.81</b>
Std_9	3.000	<b>3.078</b>	<b>2.60</b>	<b>2.981</b>	<b>-0.65</b>	<b>3.071</b>	<b>2.35</b>
Std_10	4.000	<b>4.077</b>	<b>1.93</b>	<b>3.944</b>	<b>-1.40</b>	<b>4.071</b>	<b>1.77</b>
Std_11	5.000	<b>4.904</b>	<b>-1.92</b>	<b>4.741</b>	<b>-5.18</b>	<b>4.898</b>	<b>-2.05</b>
Std_12	7.500	<b>7.660</b>	<b>2.13</b>	<b>7.398</b>	<b>-1.36</b>	<b>7.656</b>	<b>2.08</b>
Std_13	10.00	<b>9.891</b>	<b>-1.09</b>	<b>9.549</b>	<b>-4.51</b>	<b>9.889</b>	<b>-1.11</b>
Std_14	15.00	<b>14.803</b>	<b>-1.31</b>	<b>14.285</b>	<b>-4.77</b>	<b>14.805</b>	<b>-1.30</b>
Std_15	20.00	<b>20.136</b>	<b>0.68</b>	<b>19.427</b>	<b>-2.86</b>	<b>20.142</b>	<b>0.71</b>

Tablo 3.19. Üç farklı kalibrasyonda Pb için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>o</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_2	0.025	0.050	98.77	<b>0.024</b>	<b>-3.42</b>	0.069	177.65
Std_3	0.050	0.074	48.74	<b>0.052</b>	<b>4.87</b>	0.094	88.11
Std_4	0.100	0.118	18.21	<b>0.103</b>	<b>2.68</b>	0.138	37.82
Std_5	0.250	<b>0.245</b>	<b>-1.82</b>	<b>0.249</b>	<b>-0.59</b>	0.265	5.94
Std_6	0.500	<b>0.477</b>	<b>-4.54</b>	<b>0.514</b>	<b>2.86</b>	<b>0.496</b>	<b>-0.73</b>
Std_7	1.000	0.918	-8.16	<b>1.020</b>	<b>1.99</b>	<b>0.937</b>	<b>-6.33</b>
Std_8	2.000	<b>1.975</b>	<b>-1.23</b>	2.232	11.58	<b>1.992</b>	<b>-0.39</b>
Std_9	3.000	<b>2.857</b>	<b>-4.75</b>	3.243	8.09	<b>2.873</b>	<b>-4.24</b>
Std_10	4.000	<b>4.056</b>	<b>1.41</b>	4.617	15.42	<b>4.070</b>	<b>1.74</b>
Std_11	5.000	<b>5.015</b>	<b>0.30</b>	5.716	14.31	<b>5.027</b>	<b>0.53</b>
Std_12	7.500	<b>7.595</b>	<b>1.27</b>	8.674	15.65	<b>7.603</b>	<b>1.37</b>
Std_13	10.00	<b>10.017</b>	<b>0.17</b>	11.449	14.49	<b>10.020</b>	<b>0.20</b>
Std_14	15.00	<b>15.120</b>	<b>0.80</b>	17.298	15.32	<b>15.115</b>	<b>0.77</b>
Std_15	20.00	<b>19.880</b>	<b>-0.60</b>	22.755	13.77	<b>19.867</b>	<b>-0.66</b>

Tablo 3.20. Üç farklı kalibrasyonda Cr için hesaplanan standart çözelti konsantrasyonları

Kodu	C <sub>0</sub> , mg/L	Kal-1		Kal-2		Kal-3	
		C <sub>1</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>2</sub> , mg/L	Hata, %	C <sub>3</sub> , mg/L	Hata, %
Std_1	0.010	0.008	-15.79	0.011	7.99	0.009	-13.98
Std_2	0.025	<b>0.024</b>	<b>-2.32</b>	<b>0.026</b>	<b>3.15</b>	<b>0.025</b>	<b>-1.60</b>
Std_3	0.050	<b>0.049</b>	<b>-1.54</b>	<b>0.049</b>	<b>-1.93</b>	<b>0.049</b>	<b>-1.18</b>
Std_4	0.100	<b>0.104</b>	<b>3.85</b>	<b>0.100</b>	<b>0.21</b>	<b>0.104</b>	<b>4.02</b>
Std_5	0.250	<b>0.252</b>	<b>0.89</b>	<b>0.239</b>	<b>-4.31</b>	<b>0.252</b>	<b>0.96</b>
Std_6	0.500	<b>0.503</b>	<b>0.53</b>	<b>0.474</b>	<b>-5.23</b>	<b>0.503</b>	<b>0.56</b>
Std_7	1.000	<b>0.983</b>	<b>-1.70</b>	0.924	-7.61	<b>0.983</b>	<b>-1.68</b>
Std_8	2.000	<b>2.053</b>	<b>2.64</b>	<b>1.926</b>	<b>-3.68</b>	<b>2.053</b>	<b>2.65</b>
Std_9	3.000	<b>3.009</b>	<b>0.30</b>	2.822	-5.93	<b>3.009</b>	<b>0.30</b>
Std_10	4.000	<b>3.964</b>	<b>-0.89</b>	3.717	-7.07	<b>3.964</b>	<b>-0.89</b>
Std_11	5.000	<b>4.952</b>	<b>-0.95</b>	4.643	-7.14	<b>4.952</b>	<b>-0.95</b>
Std_12	7.500	<b>7.541</b>	<b>0.55</b>	7.068	-5.75	<b>7.541</b>	<b>0.55</b>
Std_13	10.00	<b>9.995</b>	<b>-0.05</b>	9.368	-6.32	<b>9.995</b>	<b>-0.05</b>

### 3.1.2. Korelasyon Katsayısı, Bağlı Standart Sapma, Doğrusal Aralık, Çalışma Aralığı, Gözlenebilme Sınırı (LOD) ve Tayin Sınırı (LOQ) Analiz Sonuçları

Geliştirilen yöntemin validasyon parametreleri olarak korelasyon katsayısı ( $R^2$ ), bağlı standart sapma (RSD), doğrusal aralık (DA), çalışma aralığı (ÇA), gözlenebilme sınırı (LOD, limit of detection) ve tayin sınırı (LOQ, limit of quantification) hesaplamaları yapıldı ve elde edilen tüm sonuçlar Tablo 3.21’de toplu olarak sunulmuştur.

Korelasyon katsayısı ( $R^2$ ), kalibrasyon grafiğini oluşturan noktaların birbirine yakınlığını ifade eder ve bu noktaların çizilen doğruya yakınlığının bir ölçüsüdür. Noktalar ne kadar doğruya yakınsa korelasyon katsayısının değeri 1’e o kadar yaklaşır. Dolayısıyla  $R^2$  değeri en fazla 1 olabilir.  $R^2$  değeri 1 olan bir kalibrasyon, doğrusallığın maksimum olduğuna işaret eder. Korelasyon katsayısı  $\leq 0.95$  olduğu durumlarda sinyal ile konsantrasyon arasında doğrusal ilişki vardır.

Standart sapma bilindiği gibi aynı numunenin paralel ölçümlerinden elde edilen verilerin birbirine olan yakınlığının, yani tekrarlanabilirliğin bir ölçüsüdür. Standart sapma tek başına pek bir anlam ifade etmez, ancak standart sapma yerine bağlı standart sapmanın (RSD) kullanılması daha anlamlıdır. %RSD en çok tercih edilenidir ve genellikle bir veri setinin ortalamasının %RSD değeri  $< 5$  olması beklenir. Bu çalışmada analiz edilen her bir

metalin %RSD değeri, metalleri karışım halinde içeren 0.05 mg/L derişimde bir çözeltilinin ard arda 20 kez ölçülmesi ile elde edilen standart sapma değerlerinden hesaplanmıştır (Formül 3.2).

$$RSD (\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (3.2)$$

*RSD* : bağıl standart sapma

*s* : standart sapma

$\bar{x}$  : ortalama değer

Enstrümental gıda analizleri başta olmak üzere çoğu yaş kimyasal analizler için yapılan metot validasyonu çalışmalarında, gözlenebilme sınırı (LOD, limit of detection) ve tayin sınırı (LOQ, limit of quantification) en önemli iki performans parametreleridir. LOD bir metodun gözleyebileceği en düşük derişimdir. Aynı zamanda LOD, analizler ile elde edilen sonuçların standart sapmasının 3 katıdır. LOQ (limit of quantification, tayin sınırı) ise %95 güven seviyesinde bir yöntemin kantitatif olarak tayin edebileceği en düşük derişimdir. Aynı zamanda LOQ, analizler ile elde edilen sonuçların standart sapmasının 10 katıdır. Bu çalışmada LOD ve LOQ iki farklı yöntemle hesaplanmıştır. Birinci yöntemde, saf su ilgili 14 metal açısından MP-AES'de 20 kez ölçüldü ve sinyal değerleri kaydedildi. Değerlerin standart sapması hesaplandıktan sonra Formül 3.3 ve 3.4'de yerine konularak LOD ve LOQ değerleri hesaplandı. İkinci yöntemde ise her bir metali 0.05 mg/L derişimde içeren bir karışık çözeltili yine MP-AES'de ölçüldü ve elde edilen sinyal değerlerinin standart sapması Formül 3.5 ve 3.6'da yerine konularak LOD ve LOQ değerleri hesaplandı.

$$LOD_1 = \frac{S_k + 3s_k}{m} \quad (3.3)$$

$$LOQ_1 = \frac{S_k + 10s_k}{m} \quad (3.4)$$

$$LOD_2 = \frac{3s_c}{m} \quad (3.5)$$

$$LOQ_2 = \frac{10s_c}{m} \quad (3.6)$$

*LOD* : limit of detection (gözlenebilme sınırı)

*LOQ* : limit of quantification (tayin sınırı)

*S<sub>k</sub>* : kör çözelti sinyal değerlerinin ortalaması

*s<sub>k</sub>* : kör çözelti sinyal değerlerinin standart sapması

*m* : kalibrasyon grafiğinin eğimi

*s<sub>c</sub>* : 0.05 mg/L derişimdeki metalin sinyal değerlerinin standart sapma değeri

Tablo 3.21’de verilen doğrusal aralık (DA) değerleri, her bir metalin yaklaşık LOQ değeri ile kalibrasyon grafiğinin doğrusallıktan sapmaya başladığı ilk nokta arası olarak verilmiştir. Aynı şekilde çalışma aralığı (ÇA) ise DA değerleri arasında kalacak şekilde, güvenli ölçümün yapılabileceği daha dar bir aralık olarak seçilmiştir. Bu seçimde bir miktar keyfiyet söz konusudur. Gerçek numunelerin ölçümlerinde bu aralıklar seçilerek kalibrasyon standartları hazırlanmış ve bu standartlar cihazda ölçülerek elde edilen sinyal değerleri ile grafikler çizilmiştir.

Tablo 3.21. MP-AES ile metal ölçümlerinde yöntemin analitik performans göstergeleri

	1	2	3	4	5	6	7
	Ca	Mg	Na	K	Fe	Zn	Cu
$R^2$	0.9986	0.9997	0.9959	0.9989	0.9995	0.9986	0.9998
RSD (%)	0.98	1.13	2.79	1.16	1.02	1.34	0.96
DA (mg/L)	0.01–7.5	0.01–3.0	0.01–>5.0	0.01–15.0	0.01–>25.0	0.05–3.0	0.01–>10.0
ÇA-1 (mg/L)	0.025–0.10	0.025–0.10	0.025–0.10	0.025–0.10	0.025–0.10	0.05–0.50	0.025–0.10
ÇA-2 (mg/L)	0.5–5.0	0.25–3.0	0.5–5.0	0.5–10.0	0.25–10.0	0.5–3.0	0.25–10.0
LOD <sub>1</sub> * (µg/L)	1.1	1.4	3.7	0.8	3.9	12.6	1.1
LOD <sub>2</sub> ** (µg/L)	2.2	1.3	8.5	3.1	4.3	15.4	2.3
LOQ <sub>1</sub> * (µg/L)	3.6	4.6	12.5	2.6	13.0	41.9	3.7
LOQ <sub>2</sub> ** (µg/L)	7.4	4.2	28.4	10.3	14.3	51.2	7.6

	8	9	10	11	12	13	14
	Al	Mn	Cd	Co	Ni	Pb	Cr
$R^2$	0.9997	0.9989	0.9986	0.9983	0.9994	0.9994	0.9995
RSD (%)	1.85	0.95	1.14	1.19	1.26	1.77	1.47
DA (mg/L)	0.01–>10.0	0.01–>25.0	0.01–>5.0	0.01–>5.0	0.01–>20.0	0.025–>20.0	0.01–>10.0
ÇA-1 (mg/L)	0.025–0.25	0.025–0.10	0.025–0.10	0.025–0.10	0.025–0.10	0.025–0.10	0.025–0.10
ÇA-2 (mg/L)	0.5–10.0	0.5–10.0	0.5–5.0	0.5–5.0	0.5–15.0	0.5–15.0	0.5–10.0
LOD <sub>1</sub> * (µg/L)	1.5	1.3	4.7	4.3	4.1	7.0	1.6
LOD <sub>2</sub> ** (µg/L)	2.7	5.9	6.2	4.6	5.3	8.7	3.8
LOQ <sub>1</sub> * (µg/L)	5.0	4.4	15.5	14.4	13.6	23.5	5.2
LOQ <sub>2</sub> ** (µg/L)	9.1	19.5	20.5	15.2	17.6	28.9	12.8

$R^2$  : korelasyon katsayısı

RSD : bağıl standart sapma

DA : doğrusal aralık

ÇA : çalışma aralığı

LOD : gözlenebilme sınırı (limit of detection)

LOQ : tayin sınırı (limit of quantification)

\* : saf suyun analizi sonucu elde edilen standart sapmalar ile hesaplanmış değerler

\*\* : 0.05 µg/L standart çözeltilerin analizi sonucu elde edilen standart sapmalar ile hesaplanmış değerler

### 3.1.3. Tekrarlanabilirlik Çalışması Analiz Sonuçları

Bir analiz yönteminin tekrarlanabilirliği; aynı analizci tarafından birbirine yakın zaman dilimi içerisinde yapılan belli sayıdaki analizlerden elde edilen sonuçların birbirine olan uygunluk derecesidir. Bir yöntemin tekrarlanabilirliği genellikle yapılan analizler sonucu elde edilen verilerin %RSD (Bağıl Standart Sapması) değeri ile belirlenir.

Tekrarlanabilirlik çalışmalarında kabul edilebilirlik %RSD sınırı, yapılan analizlerde kullanılan konsantrasyonuna bağlı olarak değişir. Bu %RSD sınırı Türkiye’de “Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)”nde verilmektedir (Erkmen, 2019).

Bu tez kapsamında gerçek numune olarak lahana, un, balık ve meyve suyu olmak üzere 4 farklı gıda numunesi seçildi. Meyve suyu için ise 5.0 mL numune mikrodalga fırında HNO<sub>3</sub> ve H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> eşliğinde yakıldı. Elde edilen berrak çözelti saf su ile 50 mL’ye seyreltildi ve MP-AES’de analiz edildi. Lahana, un ve balık için 0.1 mg hassasiyetteki analitik terazide yaklaşık 0.5 g tartımlar alınarak meyve suyunda olduğu mikrodalgada yakma işlemi uygulandı. Elde edilen berrak çözeltiler saf su ile 50 mL’ye tamamlanarak MP-AES’de analiz edildi. Sonuçlar meyve suyu için mg/L, diğerleri için mg/kg olarak aşağıdaki formüllerle hesaplanarak verildi:

Meyve suyu numunesi için;

$$C \text{ (mg/L)} = \frac{C_N \text{ (mg/L)} \times V_C \text{ (mL)} \times SK}{V_N \text{ (mL)}} \quad (3.7)$$

Lahana, un ve balık numuneleri için;

$$C \text{ (mg/kg)} = \frac{C_N \text{ (mg/L)} \times V_C \text{ (mL)} \times SK}{m_N \text{ (g)}} \quad (3.8)$$

$C$  : Nihai konsantrasyon (mg/L veya mg/kg)

$C_N$  : Cihazda numune için ölçülen konsantrasyon (mg/L)

$V_C$  : Mikrodalga fırında yakılan numune için seyreltilen son hacim (mL)

$V_N$  : Meyve suyu için alınan hacim (mL)

$m_N$  : Lahana, un ve balık numuneleri için tartım miktarı (g)

$SK$  : Seyreltme katsayısı

Numuneler önce mikrodalgada parçalanıp berrak çözeltileri hazırlandıktan sonra her bir element için ilgili kalibrasyon grafiğine göre doğrusal aralıkta kalacak şekilde saf su ile seyreltikten sonra MP-AES’de analiz edilmiştir. Cihazda mg/L birimi cinsinden tayin

edilen metal derişimleri daha sonra Formül 3.7 ve Formül 3.8 yardımı ile mg/kg birimine dönüştürüldü. Dört farklı gıda türü için elde edilen sonuçlar Tablo 3.22’de verilmiştir.

Literatürde lahanada sebze üzerine yapılan çalışmalardan birinde Thavarajah ve ark. (2016), lahanada mevcut bazı metallerin değerlerini; K için 1880–8730, Ca için 350–3000, Mg için 200–1000, Fe için 5–23, Zn’u 2–16 ve Cu için 2–116 mg/kg aralığında tespit etmiştir. Bir başka çalışmada ise Korus (2020) lahanada K içeriğini 26130±1610, Ca içeriğini 13460±430, Mg içeriğini 1290±90, Na içeriğini 516±50, Fe içeriğini 150±22, Zn içeriğini 90.1±18.1, Mn içeriğini 64.1±11.1, Cu içeriğini 71.3±16.2, Cr içeriğini 64±0.15, Ni içeriğini 1.77±0.10, Pb içeriğini 0.61±0.05 ve Cd içeriğini 0.97±0.07 mg/kg olarak tespit etmiştir. Yapılan bir başka çalışmada Gündoğdu (2005) Trabzon’un Akçaabat ilçesinde anayola yakın olan bir tarladan toplamış olduğu kara lahanada numunelerinde bazı metallerin seviyelerini Na 2600±100, K 52600±2500, Ca 51200±2100, Mg 12200±500, Fe 110.0±9.1, Cu 4.51±0.40, Mn 235.3±4.4 ve Zn 51.7±1.0 mg/kg olarak tespit etmiştir. Tarım Bakanlığı’na ait Ulusal Gıda Kompozisyon Veri Tabanı’nda karalahananın içinde yer alan bazı metallerin konsantrasyon aralıkları verilmiş olup bu aralıklar; Fe; 15.5–48.1, Ca; 3530–10300, Mg; 330–560, K; 3770–9830, Na; 200–6200 ve Zn; 3.4–15.5 mg/kg’dır (URL-5, 2021).

Literatürde un ile ilgili yapılan araştırmalardan birinde Tezcan (2009), Tekirdağ ili Hayrabolu ilçesi Karababa bölgesinden aldığı buğday numunelerinde yapmış olduğu metal analizlerinde; Pb için 25.94, Cd için 16.87, Cr için 271.92, Cu için 8703.001, Ni için 1572.17 ve Zn için 37561.83 mg/kg olarak tespit etmiştir. Başka bir çalışmada ise Gençoğlu (2017), Konya havzasından temin etmiş olduğu buğday numunelerinde yapmış olduğu metal analizlerinde Pb’u 0.05 mg/kg olan LOQ değerinin altında, Cd’u 0.005, Al’u 4.14, Cu’ı 4.4, Mn’ 26.38, Ni’i 1.16 ve Zn’ yu 13.60 mg/kg olarak tespit etmiştir. Ulusal Gıda Kompozisyon Veri Tabanında unda bulunan bazı metallerin değerleri verilmiş olup bu değerler, Fe 0.00, Ca 290, Mg 30, K 150, Na 120 ve Zn 1.8 mg/kg’dır (URL-5, 2021).

Literatürde ton balığı ile ilgili yapılan araştırmalarda, Aksan (2013) yapmış olduğu bir çalışmada ton balığında, Cd’ u 0.02±0.01, Co’ı 0.04±0.02, Cr’u 0.43±0.09, Cu’ı 7.80±1.11, Fe’i 79.82±5.84, Mn’ı 0.49±0.03 ve Zn’yu 17.65±0.52 mg/kg olarak tespit etmiştir. Başka bir çalışmada Akalın (2018) ton balığında, Pb’u 0.13±0.13, Cd’u 6.37±3.77 ve Al’u 1.97±1.17 mg/kg olarak tespit etmiştir. Ulusal Gıda Kompozisyon Veri Tabanında

Ton balığı konservesinde bulunan bazı metallerin deęerleri verilmiř olup bu deęerler, Fe 11, Ca 100, Mg 280, K 2590, Na 3360 ve Zn 4.7 mg/kg'dır (URL-5, 2021).

Literatürde meyve suyu ile ilgili yapılan arařtırmalardan birinde Varol (2019), Muęla il pazarından temin ettikleri meyvelerden elde edilen meyve suyunda yapmıř olduęu metal analizlerinde Cu'ı 285.29, Zn'yu 7.18 ve Fe'i 19.09 mg/L olarak tespit etmiřtir. Bařka bir alıřmada Bengü (2014), piyasadan temin edilen meyve sularında yaptıęı mineral analizleri sonucundan Fe'i  $0.86 \pm 1.67$ , Na'u  $115.45 \pm 20.64$ , Zn' yu  $0.65 \pm 0.37$  ve K'u  $28.37 \pm 2.30$  mg/kg olarak tespit etmiřtir. Bařka bir alıřmada Tüfeki ve Fenercioęlu (2010), Türkiye'de üretilen bazı ticari meyve sularının kimyasal özellikleri sonucunda K'u 1061.41–1333.13, Mg'u 64.91– 104.70, Na'u 29.95–93.59, Ca'u 67.47–169.03, Cu'ı 0.097–0.43, Zn'yu 0.23–1.017, Fe'i 0.94–3.19, Pb'u 0.04–0.24 ve Cd'u 0.001–0.007 mg/L olarak tespit etmiřlerdir. Bařka bir alıřmada ise Özdemir (2018) meyve sularında eser element konsantrasyonlarının analizi için hazır meyve sularında alıřma yapmıř ve bu alıřmalar sonucu Cu'ı  $0.082 \pm 0.043$ , Fe'i  $0.36 \pm 0.20$ , Zn'yu  $0.40 \pm 0.28$ , Na'u  $6.94 \pm 2.96$ , K'u  $2.58 \pm 1.17$ , Ca'u  $5.64 \pm 1.59$  ve Mg'u  $3.62 \pm 0.66$  mg/L olarak tespit etmiřken Cd, Ni, Pb ve Mn tespit edememiřtir.

Türk Gıda Kodeksi Bulařanlar Yönetmelięi'nde (TGK, 2011) Pb üst sınırı un için 0.20, karalahana için 0.30, balıklar için 0.30 mg/kg iken meyve suyu için 0.050 mg/L'dir. Yönetmelikteki Cd üst sınırı un için 0.20, karalahana için 0.20, balıklar için 0.050 mg/kg iken meyve suyu için 0.050 mg/L olarak belirtilmiřtir.

Tablo 3.22 Dört farklı gıda matriksinde MP-AES ile belirlenen 14 metalin derişim değerleri (N: 12)

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
<b>LAHANA</b>	<b>Ca</b>	<b>Mg</b>	<b>Na</b>	<b>K</b>	<b>Fe</b>	<b>Zn</b>	<b>Cu</b>	<b>Al</b>	<b>Mn</b>	<b>Cd</b>	<b>Co</b>	<b>Ni</b>	<b>Pb</b>	<b>Cr</b>
Ort.(mg/kg)	25229	2176	1011	27538	86.0	18.9	10.1	19.5	47.6	<LOQ	<LOQ	<LOQ	4.32	5.38
SD(mg/kg)	341	37	18	440	1.5	0.8	0.3	0.7	1.2	-	-	-	0.28	0.34
RSD (%)	1.3	1.7	1.8	1.6	1.8	4.4	2.6	3.7	2.6	-	-	-	6.4	6.3
Maks.	25713	2248	1041	28211	88.3	20.4	10.4	20.8	49.0	-	-	-	4.86	5.97
Min.	24585	2128	976	26874	84.5	17.7	9.6	18.3	44.4	-	-	-	3.98	4.89
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
<b>UN</b>	<b>Ca</b>	<b>Mg</b>	<b>Na</b>	<b>K</b>	<b>Fe</b>	<b>Zn</b>	<b>Cu</b>	<b>Al</b>	<b>Mn</b>	<b>Cd</b>	<b>Co</b>	<b>Ni</b>	<b>Pb</b>	<b>Cr</b>
Ort.(mg/kg)	191.8	193.4	18.5	1656	16.6	4.72	4.57	9.14	8.11	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
SD(mg/kg)	3.5	3.7	0.4	32	0.4	0.26	0.19	0.38	0.30	-	-	-	-	-
RSD (%)	1.8	1.9	2.1	1.9	2.2	5.6	4.1	4.1	3.7	-	-	-	-	-
Maks.	197.3	199.6	19.2	1713	17.2	5.06	4.94	9.84	8.60	-	-	-	-	-
Min.	186.3	187.7	18.0	1595	15.9	4.25	4.33	8.29	7.55	-	-	-	-	-
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
<b>BALIK</b>	<b>Ca</b>	<b>Mg</b>	<b>Na</b>	<b>K</b>	<b>Fe</b>	<b>Zn</b>	<b>Cu</b>	<b>Al</b>	<b>Mn</b>	<b>Cd</b>	<b>Co</b>	<b>Ni</b>	<b>Pb</b>	<b>Cr</b>
Ort.(mg/kg)	419.3	683.0	5247	4397	26.8	15.7	4.99	5.12	2.1	<LOQ	<LOQ	3.10	6.87	<LOQ
SD(mg/kg)	8.8	11.9	82	84	1.2	1.1	0.13	0.17	0.1	-	-	0.17	0.41	-
RSD (%)	2.1	1.7	1.6	1.9	4.3	7.1	2.6	3.4	4.4	-	-	5.3	6.0	-
Maks.	435.3	701.6	5404	4541	29.1	17.7	5.16	5.32	2.2	-	-	3.42	7.42	-
Min.	405.6	659.4	5168	4278	25.0	13.9	4.76	4.86	1.9	-	-	2.85	6.11	-
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
<b>M. SUYU</b>	<b>Ca</b>	<b>Mg</b>	<b>Na</b>	<b>K</b>	<b>Fe</b>	<b>Zn</b>	<b>Cu</b>	<b>Al</b>	<b>Mn</b>	<b>Cd</b>	<b>Co</b>	<b>Ni</b>	<b>Pb</b>	<b>Cr</b>
Ort.(mg/L)	129.9	69.9	52.5	718.7	1.53	<LOQ	0.54	1.00	0.23	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
SD (mg/L)	2.1	1.0	0.9	14.7	0.06	-	0.02	0.05	0.02	-	-	-	-	-
RSD (%)	1.6	1.5	1.8	2.0	3.7	-	4.3	5.3	6.7	-	-	-	-	-
Maks.	133.7	72.2	54.1	746.7	1.62	-	0.59	1.09	0.26	-	-	-	-	-
Min.	126.7	68.6	51.1	696.7	1.46	-	0.51	0.93	0.20	-	-	-	-	-

Tekrarlanabilirlik çalışmasında her bir örnek 2 farklı analizci tarafından 6'şar kez analiz edilmiş olup 14 metalin ölçümünden elde edilen sonuçlar lahana matriksinde Ca ve Mg için Tablo 3.223de, un matriksinde Na ve K için Tablo 3.24'de, balık matrisinde Fe ve Zn için Tablo 3.25'de ve meyve suyu matriksinde Cu ve Al için Tablo 3.26'te verilmiş olup diğer matrislerde analiz edilen diğer elementlerin tekrarlanabilirlik çalışmalarının verileri

ekler kısmında yer alan Ek Tablo 2 ile Ek Tablo 5 arasında verilmiştir. Tabloların altında ayrıca tanımlayıcı istatistik bilgileri de verilmiştir.

Tablo 3.23. Lahana Matrisinde Ca ve Mg için tekrarlanabilirlik çalışması verileri

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
Ca	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	3.078	3.101
	2	3.056	3.034
	3	3.007	2.992
	4	3.042	3.069
	5	3.082	3.016
	6	2.965	3.064
Ortalama		3.038	3.046
Standart sapma		0.045	0.040
% RSDr		1.484	1.300
%HRSDr		2.233	2.233
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.180	0.158
max-min		0.117	0.109
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		11.012	8.448
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.119	0.119
max-min		0.008	0.008
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	uygun
Genel Ortalama %		3.042	3.042
Birleşik Standart Sapma		0.042	0.042
% RSD <sub>r</sub> pool(genel)		1.395	1.395
%HRSD <sub>r</sub>		2.233	2.233
Horrrat		0.625	0.625
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	uygun

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
Mg	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	2.652	2.671
	2	2.711	2.616
	3	2.622	2.584
	4	2.589	2.622
	5	2.566	2.567
	6	2.666	2.632
Ortalama		2.634	2.615
Standart sapma		0.053	0.037
% RSDr		2.014	1.404
%HRSDr		2.282	2.284
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.212	0.147
max-min		0.145	0.104
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		20.274	9.853
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.128	0.128
max-min		0.019	0.019
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	uygun
Genel Ortalama %		2.625	2.625
Birleşik Standart Sapma		0.046	0.046
% RSD <sub>r</sub> pool(genel)		1.736	1.736
%HRSD <sub>r</sub>		2.283	2.283
Horrrat		0.760	0.760
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	uygun

Tablo 3.23’de verilmiş olan lahana matrisinde Ca için tekrarlanabilirlik çalışması sonuçları yorumlanırsa; Ca için birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 3.039±0.046 mg/L, 3.046±0.039 mg/L ve genel ortalama 3.043±0.043 mg/L’dir. %RSDr’ler sırasıyla %1.51, %1.30 ve birleştirilmiş %RSDr ise %1.41’dir. Hem analizci ortalamalarına göre elde edilen sonuçlardan hem de genel ortalamaya göre elde edilen sonuçlardan horwitz eşitliği kullanılarak hedef %HRSDr hesaplandı ve %2.23 olarak bulundu. Deneysel olarak

elde edilen hem analizciler bazında tekrarlanabilirlik %RSD'leri hem de birleştirilmiş %RSD'ler hedef %HRSD'den küçük olduğu için lahana matrisinde Ca minerali tekrarlanabilirlik çalışmasının uygun olduğu tespit edildi.

Lahana matrisinde Ca çalışmasında hem analizcilerin kendi çalışmaları arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü hem de analizciler arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizci 1 için 6 paralel analizde ( $f(6)=4$ ) 0.184 ve min-max farkı 0.122 olarak, analizci 2 için ( $f(6)=4$ ) 0.158 ve min-max farkı 0.109 ve analizciler arasında ise ( $f(2)=2.8$ ) 0.120 ve min-max farkı 0.007 olarak bulundu. Analizcilerin kendi içindeki ve arasındaki tekrarlanabilirlik limitleri uygun olarak bulundu.

Tablo 3.23 verilmiş olan lahana matrisinde Mg için tekrarlanabilirlik çalışması sonuçları yorumlandığında; Mg için birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla  $2.634 \pm 0.053$  mg/L,  $2.615 \pm 0.037$  mg/L ve genel ortalama  $2.625 \pm 0.046$  mg/L olarak bulundu. %RSDr'leri sırasıyla 2.01, %1.40 ve birleştirilmiş %RSDr %1.74 olarak tespit edildi. Hem analizci ortalamalarına göre elde edilen sonuçlardan hem de genel ortalamaya göre elde edilen sonuçlardan horwitz eşitliği kullanılarak hedef %HRSDr hesaplandı ve %2.28 olarak bulundu. Deneysel olarak elde edilen hem analizciler bazında tekrarlanabilirlik %RSD'leri hem de birleştirilmiş %RSD'ler hedef %HRSD'den küçük olduğu için lahana matrisinde Mg minerali tekrarlanabilirlik çalışmasının uygun olduğu tespit edildi.

Lahana matrisinde Mg çalışmasında hem analizcilerin kendi çalışmaları arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü hem de analizciler arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizci 1 için 6 paralel analizde ( $f(6)=4$ ) 0.212 ve min-max farkı 0.145 olarak, analizci 2 için ( $f(6)=4$ ) 0.147 ve min-max farkı 0.104 ve analizciler arasında ise ( $f(2)=2.8$ ) 0.128 ve min-max farkı 0.019 olarak bulundu. Analizcilerin kendi içindeki ve arasındaki tekrarlanabilirlik limitleri uygun olarak bulundu.

Lahana matrisinde yapılan tekrarlanabilirlik çalışmaları Türk Gıda Kodeksi 2017/7 Gıdalardaki Eser Element ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü Tebliği'inde yer alan horrat değerlerinin karşılaştırılması yapılmış olup Tablo 3.23 de ve Ek Tablo 2' de yer alan çalışılan metallerin elde edilen horrat değerlerinin 2 nin altında olduğu tespit edilmiştir.

Tablo 3.24. Un matriksinde Na ve K için tekrarlanabilirlik çalışması verileri

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0.00		
Na	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.226	0.227
	2	0.224	0.234
	3	0.221	0.236
	4	0.225	0.232
	5	0.221	0.224
	6	0.226	0.231
<b>Ortalama</b>		0.224	0.231
<b>Standart sapma</b>		0.002	0.004
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1.035	1.894
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		3.307	3.292
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0.0093	0.017
<b>max-min</b>		0.01	0.012
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		5.356	17.936
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)</b>			0.010
<b>max-min</b>			0.007
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0.227
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0.003
<b>% RSD<sub>r, pool(genel)</sub></b>			1.526
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			3.300
<b>Horrat</b>			0.463
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0.00		
K	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	2.048	1.957
	2	2.056	2.019
	3	2.021	2.012
	4	2.007	2.032
	5	2.066	2.067
	6	2.102	1.994
<b>Ortalama</b>		2.050	2.014
<b>Standart sapma</b>		0.034	0.037
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1.652	1.828
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2.370	2.376
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0.135	0.147
<b>max-min</b>		0.095	0.110
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		13.6526	16.7102
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)</b>			0.099
<b>max-min</b>			0.036
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			2.032
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0.035
<b>% RSD<sub>r, pool(genel)</sub></b>			1.742
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2.373
<b>Horrat</b>			0.734
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

Tablo 3.24’de gösterilen un matriksinde Na için tekrarlanabilirlik çalışması sonuçları yorumlandığında; Na için birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 0.224±0.002 mg/L, 0.231±0.004 mg/L ve genel ortalama 0.227±0.003 mg/L olarak bulundu. %RSD<sub>r</sub>’leri sırasıyla %1.04, %1.89 ve birleştirilmiş %RSD<sub>r</sub> %1.53 olarak tespit edildi. Hem analizci ortalamalarına göre elde edilen sonuçlardan hem de genel ortalamaya göre elde edilen sonuçlardan horwitz eşitliği kullanılarak hedef %HRSD<sub>r</sub> hesaplandı ve %3.30 olarak bulundu. Deneysel olarak elde edilen hem analizciler bazında tekrarlanabilirlik %RSD’leri hem de birleştirilmiş %RSD’ler hedef %HRSD’den küçük olduğu için un matriksinde Na metali tekrarlanabilirlik çalışmasının uygun olduğu tespit edildi.

Un matriksinde Na çalışmasında hem analizcilerin kendi çalışmaları arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü hem de analizciler arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizci 1 için 6 paralel analizde ( $f(6)=4$ ) 0.093 ve min-max farkı 0.01 olarak, analizci 2 için ( $f(6)=4$ ) 0.017 ve min-max farkı 0.012 ve analizciler arasında ise ( $f(2)=2.8$ ) 0.010 ve min-max farkı 0.007 olarak bulundu. Analizcilerin kendi içindeki ve arasındaki tekrarlanabilirlik limitleri uygun olarak bulundu.

Tablo 3.24 verilmiş olan un matrisinde K için tekrarlanabilirlik çalışması sonuçları yorumlandığında; K için birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla  $2.050\pm 0.034$  mg/L,  $2.014\pm 0.037$  mg/L ve genel ortalama  $2.032\pm 0.035$  mg/L olarak bulundu. %RSDr'leri sırasıyla %1.65, %1.83 ve birleştirilmiş %RSDr %1.74 olarak tespit edildi. Hem analizci ortalamalarına göre elde edilen sonuçlardan hem de genel ortalamaya göre elde edilen sonuçlardan horwitz eşitliği kullanılarak hedef %HRSDr hesaplandı ve %2.37 olarak bulundu. Deneysel olarak elde edilen hem analizciler bazında tekrarlanabilirlik %RSD'leri hem de birleştirilmiş %RSD'ler hedef %HRSD'den küçük olduğu un matriksinde K minerali tekrarlanabilirlik çalışmasının uygun olduğu tespit edildi.

Un matrisinde K çalışmasında hem analizcilerin kendi çalışmaları arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü hem de analizciler arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizci 1 için 6 paralel analizde ( $f(6)=4$ ) 0.135 ve min-max farkı 0.095 olarak, analizci 2 için ( $f(6)=4$ ) 0.147 ve min-max farkı 0.110 ve analizciler arasında ise ( $f(2)=2.8$ ) 0.099 ve min-max farkı 0.036 olarak bulundu. Analizcilerin kendi içindeki ve arasındaki tekrarlanabilirlik limitleri uygun olarak bulundu.

Un matriksinde yapılan tekrarlanabilirlik çalışmaları Türk Gıda Kodeksi 2017/7 Gıdalardaki Eser Element ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü Tebliği'inde yer alan horrat değerlerinin karşılaştırılması yapılmış olup Tablo 3.24 de ve Ek Tablo 3'te yer alan çalışılan metallerin elde edilen horrat değerlerinin 2'nin altında olduğu tespit edilmiştir.

Tablo 3.25. Balık matriksinde Fe ve Zn için tekrarlanabilirlik çalışması verileri

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0.50		
Fe	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.771	0.776
	2	0.770	0.779
	3	0.775	0.778
	4	0.776	0.772
	5	0.781	0.774
	6	0.780	0.775
Ortalama		0.776	0.776
Standart sapma		0.004	0.002
% RSD <sub>r</sub>		0.574	0.319
%HRSD <sub>r</sub>		2.743	2.743
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.018	0.010
max-min		0.011	0.007
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		1.650	0.509
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)			0.010
max-min			0.000
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)			uygun
Genel Ortalama %			0.776
Birleşik Standart Sapma			0.004
% RSD <sub>r, pool(genel)</sub>			0.465
%HRSD <sub>r</sub>			2.743
Horrat			0.169
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>			uygun

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0.50		
Zn	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.636	0.647
	2	0.640	0.644
	3	0.642	0.642
	4	0.645	0.643
	5	0.644	0.641
	6	0.646	0.640
Ortalama		0.642	0.643
Standart sapma		0.004	0.002
% RSD <sub>r</sub>		0.556	0.352
%HRSD <sub>r</sub>		2.822	2.822
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.014	0.009
max-min		0.009	0.006
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		1.543	0.619
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)			0.008
max-min			0.001
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)			uygun
Genel Ortalama %			0.643
Birleşik Standart Sapma			0.003
% RSD <sub>r, pool(genel)</sub>			0.465
%HRSD <sub>r</sub>			2.822
Horrat			0.165
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>			uygun

Tablo 3.25'te verilen balık matriksinde Fe için tekrarlanabilirlik çalışması sonuçları yorumlandığında; Fe için birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 0.776±0.004 mg/L, 0.776±0,004 mg/L ve genel ortalama 0.776±0.004 mg/L olarak bulundu. %RSD<sub>r</sub>'leri sırasıyla %0.57, %0.32 ve birleştirilmiş %RSD<sub>r</sub> %0.46 olarak tespit edildi. Hem analizci ortalamalarına göre elde edilen sonuçlardan hem de genel ortalamaya göre elde edilen sonuçlardan horwitz eşitliği kullanılarak hedef %HRSD<sub>r</sub> hesaplandı ve %2.74 olarak bulundu. Deneysel olarak elde edilen hem analizciler bazında tekrarlanabilirlik %RSD'leri

hem de birleştirilmiş %RSD'ler hedef %HRSD'den küçük olduğu için balık matriksinde Fe minerali tekrarlanabilirlik çalışmasının uygun olduğu tespit edildi.

Balık matrisinde Fe çalışmasında hem analizcilerin kendi çalışmaları arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü hem de analizciler arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizci 1 için 6 paralel analizde ( $f(6)=4$ ) 0.018 ve min-max farkı 0.011 olarak, analizci 2 için ( $f(6)=4$ ) 0.010 ve min-max farkı 0.007 ve analizciler arasında ise ( $f(2)=2.8$ ) 0.010 ve min-max farkı 0.000 olarak bulundu. Analizcilerin kendi içindeki ve arasındaki tekrarlanabilirlik limitleri uygun olarak bulundu.

Tablo 3.25'te verilen balık matriksinde Zn için tekrarlanabilirlik çalışması sonuçları yorumlandığında; Zn için birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla  $0.642\pm 0.004$  mg/L,  $0.643\pm 0.002$  mg/L ve genel ortalama  $0.643\pm 0.003$  mg/L olarak bulundu. %RSDr'leri sırasıyla %0.56, %0.35 ve birleştirilmiş %RSDr %0.46 olarak tespit edildi. Hem analizci ortalamalarına göre elde edilen sonuçlardan hem de genel ortalamaya göre elde edilen sonuçlardan horwitz eşitliği kullanılarak hedef %HRSDr hesaplandı ve %2.82 olarak bulundu. Deneysel olarak elde edilen hem analizciler bazında tekrarlanabilirlik %RSD'leri hem de birleştirilmiş %RSD'ler hedef %HRSD'den küçük olduğu için balık matrisinde Zn minerali tekrarlanabilirlik çalışmasının uygun olduğu tespit edildi.

Balık matrisinde Zn çalışmasında hem analizcilerin kendi çalışmaları arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü hem de analizciler arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizci 1 için 6 paralel analizde ( $f(6)=4$ ) 0.014 ve min-max farkı 0.009 olarak, analizci 2 için ( $f(6)=4$ ) 0.009 ve min-max farkı 0.006 ve analizciler arasında ise ( $f(2)=2.8$ ) 0.008 ve min-max farkı 0.001 olarak bulundu. Analizcilerin kendi içindeki ve arasındaki tekrarlanabilirlik limitleri uygun olarak bulundu.

Balık matriksinde yapılan tekrarlanabilirlik çalışmaları Türk Gıda Kodeksi 2017/7 Gıdalardaki Eser Element ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü Tebliği'inde yer alan horrat değerlerinin karşılaştırılması yapılmış olup Tablo 3.25'de ve Ek Tablo 4'te yer alan çalışılan metallerin elde edilen horrat değerlerinin 2'nin altında olduğu tespit edilmiştir.

Tablo 3.26. Meyve suyu matrisinde Cu ve Al için tekrarlanabilirlik çalışması verileri

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklene (mg/L)	0.50		
Cu	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.555	0.552
	2	0.556	0.556
	3	0.557	0.557
	4	0.553	0.558
	5	0.552	0.550
	6	0.552	0.552
<b>Ortalama</b>		0.554	0.554
<b>Standart sapma</b>		0.002	0.003
<b>% RSDr</b>		0.394	0.574
<b>%HRSDr</b>		2.885	2.885
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0.009	0.013
<b>max-min</b>		0.005	0.008
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		0.777	1.647
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)</b>			0.008
<b>max-min</b>			0.000
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			<b>uygun</b>
<b>Genel Ortalama %</b>			0.554
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0.003
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			0.492
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2.885
<b>Horrat</b>			0.171
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			<b>uygun</b>

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklene (mg/L)	0.50		
Al	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.600	0.600
	2	0.601	0.590
	3	0.595	0.595
	4	0.590	0.599
	5	0.594	0.600
	6	0.595	0.601
<b>Ortalama</b>		0.596	0.597
<b>Standart sapma</b>		0.004	0.004
<b>% RSDr</b>		0.682	0.741
<b>%HRSDr</b>		2.854	2.853
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0.016	0.018
<b>max-min</b>		0.011	0.012
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		2.328	2.746
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)</b>			0.012
<b>max-min</b>			0.001
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			<b>uygun</b>
<b>Genel Ortalama %</b>			0.597
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0.004
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			0.712
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2.853
<b>Horrat</b>			0.250
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			<b>uygun</b>

Tablo 3.26’te verilen meyve suyu matrisinde Cu için tekrarlanabilirlik çalışması sonuçları yorumlandığında; Cu için birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 0.55±0.002 mg/L, 0.55±0.003 mg/L ve genel ortalama 0.55±0.003 mg/L olarak bulundu. % RSDr’leri sırasıyla %0.39, %0.57 ve birleştirilmiş %RSDr %0.49 olarak tespit edildi. Hem analizci ortalamalarına göre elde edilen sonuçlardan hem de genel ortalamaya göre elde edilen sonuçlardan horwitz eşitliği kullanılarak hedef %HRSDr hesaplandı ve %2.88 olarak bulundu. Deneysel olarak elde edilen hem analizciler bazında tekrarlanabilirlik %RSD’leri

hem de birleştirilmiş %RSD'ler hedef %HRSD'den küçük olduğu için meyve suyu matriksinde Cu minerali tekrarlanabilirlik çalışmasının uygun olduğu tespit edildi.

Meyve suyu matriksinde Cu çalışmasında hem analizcilerin kendi çalışmaları arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü hem de analizciler arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizci 1 için 6 paralel analizde ( $f(6)=4$ ) 0.009 ve min-max farkı 0.005 olarak, analizci 2 için ( $f(6)=4$ ) 0.013 ve min-max farkı 0.008 ve analizciler arasında ise ( $f(2)=2.8$ ) 0.008 ve min-max farkı 0.000 olarak bulundu. Analizcilerin kendi içindeki ve arasındaki tekrarlanabilirlik limitleri uygun olarak bulundu.

Tablo 3.26'te verilen meyve suyu matriksinde Al için tekrarlanabilirlik çalışması sonuçları yorumlandığında; Al için birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla  $0.596 \pm 0.004$  mg/L,  $0.597 \pm 0.004$  mg/L ve genel ortalama  $0.597 \pm 0.004$  mg/L olarak bulundu. % RSDr'leri sırasıyla %0.68, %0.74 ve birleştirilmiş %RSDr %0.71 olarak tespit edildi. Hem analizci ortalamalarına göre elde edilen sonuçlardan hem de genel ortalamaya göre elde edilen sonuçlardan horwitz eşitliği kullanılarak hedef %HRSDr hesaplandı ve %2.85 olarak bulundu. Deneysel olarak elde edilen hem analizciler bazında tekrarlanabilirlik %RSD'leri hem de birleştirilmiş %RSD'ler hedef %HRSD'den küçük olduğu için meyve suyu matrisinde Al metali tekrarlanabilirlik çalışmasının uygun olduğu tespit edildi.

Meyve suyu matrisinde Al çalışmasında hem analizcilerin kendi çalışmaları arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü hem de analizciler arasındaki tekrarlanabilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizci 1 için 6 paralel analizde ( $f(6)=4$ ) 0.016 ve min-max farkı 0.011 olarak, analizci 2 için ( $f(6)=4$ ) 0.018 ve min-max farkı 0.012 ve analizciler arasında ise ( $f(2)=2.8$ ) 0.012 ve min-max farkı 0.001 olarak bulundu. Analizcilerin kendi içindeki ve arasındaki tekrarlanabilirlik limitleri uygun olarak bulundu.

Meyve suyu matriksinde yapılan tekrarlanabilirlik çalışmaları Türk Gıda Kodeksi 2017/7 Gıdalardaki Eser Element ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü Tebliği'inde yer alan horrat değerlerinin karşılaştırılması yapılmış olup Tablo 3.26 de ve ek tablo 5' te yer alan çalışılan metallerin elde edilen horrat değerlerinin 2'nin altında olduğu tespit edilmiştir.

Yapılan validasyon çalışmasında metot tekrarlanabilirlik parametresi; lahana, un, balık ve meyve suyu matrisleri kullanılarak Na, K, Ca, Mg, Fe, Cu, Zn, Ni, Co, Cr, Mn, Cd ve Pb metalleri için yapılan tekrarlanabilirlik çalışmaları sonucunda elde edilen sonuçlardan hesaplanan %RSD<sub>r</sub> değerleri, horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan %HRSD<sub>r</sub> değerlerinden küçük olduğundan yapılan çalışmanın metot validasyonunun uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Elde edilen bu sonuçlar, Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler

ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)'ne göre verilen limitler içinde yer aldığı(elde edilen horrat değerlerinin 2 nin altında olduğu)için yapılan çalışma genel olarak uygundur sonucuna varılmıştır.

#### **3.1.4. Tekrarüretilebilirlik Çalışması Analiz Sonuçları**

Tekrarüretilebilirlik, farklı analizcilerin farklı günlerde ve farklı konsantrasyonlarda yapılan analizler sonucu elde edilen sonuçların birbirine olan uygunluk derecesidir. Farklı analizciler ile farklı günlerde ve farklı işlevsel, çevresel şartlar altında aynı analiz metodu ile analiz tekrarlanır. Bir yöntemin tekrarüretilebilirliği genellikle yapılan analizler sonucunda elde edilen sonuçların %RSD değeri ile ölçülür. Tekrarlanabilirlik çalışmalarında kabul edilebilirlik %RSD sınırı, yapılan analiz esnasında çalışılan konsantrasyonuna bağlı olarak değişir. Bu %RSD sınırı Türkiye'de Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama Ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)'nde verilmektedir.

Tekrarüretilebilirlik çalışması için her bir örnek 2 analizci tarafından 6 farklı günde 3 farklı derişim seviyesinde eklemeler yapılarak analiz edilmiştir. Tüm gıdaları temsilen lahana, un, balık ve meyve suyu matrislerinin orijinalinde yer alan metaller için direkt okuma (ekleme yapmadan) yapılarak, 0.050 ve 2.00 mg/L eklemeler yapılarak ölçümler gerçekleştirilmiştir. Gıda matrislerinin orijinalinde tespit edilemeyen metaller için ise 0.05 mg/L, 0.50 mg/L ve 2.00 mg/L olmak üzere 3 farklı derişimde eklemeler yapılarak ölçümler gerçekleştirildi. Yapılan tekrarüretilebilirlik çalışmaları sonucunda elde edilen sonuçlar lahana matrisinde Ca metali için Tablo 3.27 ile 3.29 arasında, un matrisinde Mg metali için Tablo 3.30 ile 3.32 arasında, balık matrisinde Na metali için Tablo 3.33 ile 3.35 arasında ve meyve suyu matrisinde Cd metali için Tablo 3.36 ile 3.38 arasında verilmiş olup diğer matrisler ve metaller için tekrarüretilebilirlik çalışmalarının verileri ekler kısmında yer alan Ek Tablo 10 ile Ek Tablo 13 arasında verilmiştir. Tabloların altında ayrıca tanımlayıcı istatistik bilgileri de verilmiştir.

Tablo 3.27. Lahana matriksinde Ca için ekleme yapmadan tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT:		Ca					GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN:		0.00 mg/L		
Günler	1	2	3	4	5	6						Genel ortalama	2.45
Anal. 1	2.43	2.44	2.46	2.47	2.43	2.44						Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00042
Anal. 2	2.44	2.45	2.42	2.46	2.48	2.50						Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00320
Ort.	2.43	2.45	2.44	2.47	2.46	2.47						Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0014
												Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00320
												Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{wR}$ )	0.05657
												RSD <sub>wR</sub>	0.02307
												% RSD <sub>wR</sub>	2.3067
												n-1(genel)	11
												(RSD <sub>2</sub> )*(n-1)	0.005853
												Analizci 1 Ortalama	2.447
												Analizci 2 Ortalama	2.459
												Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.065
												max-min	0.012
												Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
												%RSD <sub>R</sub>	2.307
												%HRSD <sub>R</sub>	3.495
												Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
												Zaman dilimi sayısı(k)	6
												Analizci sayısı (n)	2
												Uygun	Uygun
												Uygun	Uygun

Lahana matriksinde ekleme yapmadan Ca için tekrarüretilebilirlik çalışması sonuçları Tablo 3.27’de verilmiştir. Topla yorumlandığında; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 2.447 mg/L, 2.459 mg/L’dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 2.45 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub>’si %2.31 olarak tespit edildi. Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.50 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik %RSD<sub>R</sub>’si hedef %HRSD<sub>R</sub>’den küçük olduğu için ekleme yapmadan yapılan tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Analizcilerin arasında tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizciler arasında paralel analizde (f(2)=2.8) 0.06 olarak bulundu. Analizcilerin aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Tablo 3.28. Lahana matriksinde Ca için 0.50 mg/L ekleme yapıldıktan sonra tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT: <b>Ca</b> GIDA TÜRÜ: <b>LAHANA</b>							EKLENEN: <b>0.50mg/L</b>		
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	2.95	
<b>Anal. 1</b>	2.96	3.01	2.91	2.85	3.02	2.88	<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00837	
<b>Anal. 2</b>	2.96	3.06	2.93	2.90	3.01	2.91	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00294	
<b>Ort.</b>	2.96	3.03	2.92	2.88	3.02	2.90	<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	0.0027	
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{WR}^2</math>)</b>	0.00566	
Zaman dilimi sayısı(k)							<b>6</b>	<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_{WR}</math>)</b>	0.07522
Analizci sayısı (n)							<b>2</b>	<b>RSD<sub>WR</sub></b>	0.02549
							<b>% RSD<sub>WR</sub></b>	2.5495	
							<b>n-1(genel)</b>	11	
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0071498	
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	2.939	
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	2.962	
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.071	
							<b>max-min</b>	0.024	
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun	
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	2.549	
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.399	
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun	

<b>%RSD<sub>R</sub>(pool)</b>	2.1279
<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.3649
<b>HORRAT</b>	0.6324

Lahana matriksinde Ca için 0.50 mg/L ekleme yapıldıktan sonra tekrarüretilebilirlik çalışması verileri Tablo 3.28'de verildi. Sonuçlar yorumlanırsa; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 2.94 mg/L ve 2.96 mg/L'dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 2.95 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub>'si %2.55 olarak tespit edildi. 0.50 mg/L'lik derişim için horwitz eşitliđi kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.40 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik %RSD<sub>R</sub>'si hedef %HRSD<sub>R</sub>'den küçük olduđu için 0.50 mg/L ekleme ile tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduđu sonucuna varılmıştır. 0.50 mg/L ekleme ile yapılan çalışmada analizcilerin arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı ve analizciler arasında paralel analizde (f(2)=2.8) 0.07 olarak bulundu. Analizciler aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Tablo 3.29. Lahana matriksinde Ca için 2.00 mg/L ekleme yapıldıktan sonra tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT:		Ca					GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN: 2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	4.46		
Anal. 1	4.45	4.52	4.47	4.45	4.47	4.47	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00025		
Anal. 2	4.45	4.44	4.46	4.45	4.45	4.44	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00351		
Ort.	4.45	4.48	4.46	4.45	4.46	4.45	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0016		
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00351		
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.05921		
							RSD <sub>WR</sub>	0.01328		
							% RSD <sub>WR</sub>	1.3279		
							n-1(genel)	11		
							(RSD2)*(n-1)	0.0019396		
							Analizci 1 Ortalama	4.47		
							Analizci 2 Ortalama	4.45		
							Tekrarlanabilirlik limiti ( $f(2)=2,8$ )	0.04		
							max-min	0.03		
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
							%RSD <sub>R</sub>	1.33		
							%HRSD <sub>R</sub>	3.19		
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

Lahana matriksinde Ca için 2.00 mg/L eklendikten sonra tekrarüretilebilirlik çalışması Tablo 3.29’de verildi. Bu sonuçlar yorumlandığında; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 4.47 mg/L ve 4.45 mg/L’dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması ise 4.46 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub>’si %1.33 olarak tespit edildi. 2.00 mg/L’lik derişim için horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.19 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik %RSD<sub>R</sub>’si hedef %HRSD<sub>R</sub>’den küçük olduğu için 2.00 mg/L ekleme ile tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. 2.00 mg/L ekleme ile yapılan çalışmada analizciler arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizciler arasında paralel analizde ( $f(2)=2.8$ ) 0.04 olarak bulundu. Analizcilerin aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Yapılan bu çalışmada örnek matriksine 0.00, 0.50, 2.00 mg/L derişimlerde eklemeler yapılarak tekrarüretilebilirlik çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Elde edilen %RSD<sub>R</sub> değerleri Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No:

2017/7)'ne göre hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> değerlerinden küçük olduğu için uygulanan bu metodun lahana matriksinde Ca metali için validasyon parametresi uygundur sonucuna varılmıştır. Ayrıca yapılan çalışma farklı konsantrasyonlardaki lahana matriksinde Ca metali için birleştirilmiş %RSD<sub>R</sub>(pool) %2.13 olarak hesaplanmıştır. Hesaplanan bu %RSD<sub>R</sub>(pool) değeri %HRSD<sub>R</sub> olan %3.36 değerinden küçük olduğundan lahana matriksinde Ca metali için yapılan çalışmanın uygun olduğu %RSD<sub>R</sub>(pool) değerlendirmesi ile yapılmış oldu. Hesaplaması yapılmış olan %RSD<sub>R</sub>(pool) değeri %HRSD<sub>R</sub> değerlerinden horrat değerleri hesaplanmış olup Tablo 3.27 ile 3.29 arasında ve Ek Tablo 10'da yer alan lahana matriksinde çalışılan metaller için elde edilen horrat değerlerinin 2'nin altında olduğu tespit edilmiştir. Bu şekilde Yapılan validasyon çalışmasında metod tekrarüretilebilirlik parametresi bakımından Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)'nde verilen limitler içerisinde olduğu yapılan karşılaştırma sonucunda anlaşılmıştır.

Tablo 3.30. Un matriksinde Mg için ekleme yapmadan tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT: <b>Mg</b> GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: 0.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	1.90
<b>Anal. 1</b>	1.92	1.90	1.89	1.91	1.89	1.90	<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00001
<b>Anal. 2</b>	1.89	1.90	1.91	1.90	1.91	1.90	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00105
<b>Ort.</b>	1.91	1.90	1.90	1.91	1.90	1.90	<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	-0.0005
							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{WR}^2</math>)</b>	0.00105
							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_{wR}</math>)</b>	0.03239
							<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.01701
							<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	1.7007
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0031818
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	1.906
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	1.903
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (<math>f(2)=2,8</math>)</b>	0.048
							<b>max-min</b>	0.003
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	1.701
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.630
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun
							<b>Zaman dilimi sayısı(k)</b>	6
							<b>Analizci sayısı (n)</b>	2
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun								

Un matriksinde Mg için ekleme yapmadan tekrarüretilebilirlik çalışması sonuçları Tablo 3.30'de verildi. Bu sonuçlar yorumlanırsa; birinci ve ikinci analizcinin ortalama

sonuçları sırasıyla 1.90 mg/L ve 1.90 mg/L'dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 1.90 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub>'si %1.70 olarak tespit edildi. Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.63 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik %RSD<sub>R</sub>'si hedef %HRSD<sub>R</sub>'den küçük olduğu için ekleme yapılmadan tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Bu çalışmada analizciler arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizciler arasında paralel analizde (f(2)=2.8) 0.05 olarak bulundu. Analizciler aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Tablo 3.31. Un matriksinde Mg için 0.50 mg/L ekleme yapıldıktan sonra tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT: <b>Mg</b> GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: <b>0.50 mg/L</b>	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	2.40
<b>Anal. 1</b>	2.40	2.39	2.40	2.41	2.39	2.40	<b>Ortalamanın varyansı (S<sub>d</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00002
<b>Anal. 2</b>	2.40	2.40	2.39	2.40	2.41	2.40	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (S<sub>rep</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00034
<b>Ort.</b>	2.40	2.40	2.40	2.41	2.40	2.40	<b>Günler arası varyans (S<sub>L</sub><sup>2</sup>)</b>	-0.0002
			2.40		2	2.40	<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (S<sub>wR</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00034
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.01850
							<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.00770
							<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	0.7704
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0006529
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	2.400
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	2.404
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.022
							<b>max-min</b>	0.004
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	0.770
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.506
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun

<b>%RSD<sub>R</sub>(pool)</b>	1.11199
<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.4684
<b>HORRAT</b>	0.3206

Un matriksinde Mg için 0.50 mg/L ekleden sonra tekrarüretilebilirlik çalışması Tablo 3.31'de verildi. Bu sonuçlar yorumlandığında; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 2.40 mg/L ve 2.40 mg/L'dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 2.40 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub>'si %0.77 olarak tespit edildi. Eklenen 0.50 mg/L'lik derişim için horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.51 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik

%RSD<sub>R</sub>'si hedef %HRSD<sub>R</sub>'den küçük olduğu için 0.50 mg/L ekleme yapılan numune için tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Çalışmada analizciler arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı. Analizciler arasında paralel analizde (f(2)=2.8) 0.02 olarak bulundu. Analizciler aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Tablo 3.32. Un matriksinde Mg için 2.00 mg/L ekleme yapıldıktan sonra tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT: <b>Mg</b> GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: 2.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	3.90
<b>Anal. 1</b>	3.90	3.91	3.90	3.91	3.92	3.90	<b>Ortalamanın varyansı (S<sub>d</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00007
<b>Anal. 2</b>	3.90	3.89	3.90	3.89	3.91	3.90	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (S<sub>rep</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00034
<b>Ort.</b>	3.90	3.90	3.90	3.90	3.92	3.90	<b>Günler arası varyans (S<sub>L</sub><sup>2</sup>)</b>	-0.0001
							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (S<sub>wR</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00034
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (S<sub>wR</sub>)</b>	0.01846
							<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.00473
							<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	0.4727
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0002458
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	3.91
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	3.90
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.01
							<b>max-min</b>	0.01
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	0.47
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.26
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun
							<b>Zaman dilimi sayısı(k)</b>	6
							<b>Analizci sayısı (n)</b>	2

Un matriksinde Mg için 2.00 mg/L ekleyerek yapılan tekrarüretilebilirlik çalışması verileri Tablo 3.32'de verilmiştir. Bu sonuçlar yorumlandığında; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 3.91 mg/L ve 3.90 mg/L'dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 3.90 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub> %0.47 olarak tespit edildi. 2.00 mg/L'lik ekleme için Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.26 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik %RSD<sub>R</sub>'si hedef %HRSD<sub>R</sub>'den küçük olduğu için 2.00 mg/L ekleme ile yapılan tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Analizciler arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolünde, analizciler arasında paralel analizde (f(2)=2.8) 0.01

olarak bulundu. Analizciler aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Bu çalışmada, orijinal matrikse 0.00, 0.50 ve 2.00 mg/L derişimlerde eklemeler yapılarak denemeler gerçekleştirilmiştir. Elde edilen %RSD<sub>R</sub> değerleri Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)'ne göre hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> değerlerinden küçük olduğu için metodun un matriksinde Mg metali için validasyon parametresi uygundur sonucuna varılmıştır. Ayrıca yapılan çalışma farklı konsantrasyonlardaki un matriksinde Mg metali için birleştirilmiş %RSD<sub>R</sub>(pool) %1.11 olarak hesaplanmıştır. Hesaplanan bu %RSD<sub>R</sub>(pool) değeri %3.47 %HRSD<sub>R</sub> değerinden küçük olduğundan un matriksinde Mg metali için yapılan çalışmanın uygun olduğuna kanaat getirilmiştir. Hesaplaması yapılmış olan %RSD<sub>R</sub>(pool) ve %HRSD<sub>R</sub> değerlerinden horrat değerleri hesaplanmış olup Tablo 3.30 ile 3.32 arasında ve Ek Tablo 11'de yer alan un matriksinde çalışılan metaller için elde edilen horrat değerlerinin 2'nin altında olduğu tespit edilmiştir. Bu şekilde yapılan validasyon çalışmasında metot tekrarüretilebilirlik parametresi bakımından Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği'nde (Tebliğ No: 2017/7) verilen limitler içerisinde olduğu yapılan karşılaştırma sonucunda anlaşılmıştır.

Balık matriksinde Na için ekleme yapmadan yapılan tekrarüretilebilirlik çalışması verileri Tablo 3.33'de verilmiştir. Bu sonuçlar yorumlandığında; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 2.12 mg/L ve 2.12 mg/L'dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 2.12 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub> %0.76 olarak tespit edildi. Horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.57 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik %RSD<sub>R</sub>'si hedef %HRSD<sub>R</sub>'den küçük olduğu için ekleme yapılmadan uygulanan tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Çalışmada analizciler arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı ve analizciler arasında paralel analizde (f(2)=2.8) 0.02 olarak bulundu. Analizcilerin aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Tablo 3.33. Balık matriksinde Na için ekleme yapmadan tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT:		Na					GIDA TÜRÜ: BALIK		EKLENEN: 0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6		Genel ortalama	2.12	
Anal. 1	2.13	2.12	2.11	2.12	2.14	2.12		Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00013	
Anal. 2	2.11	2.13	2.11	2.12	2.13	2.12		Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00026	
Ort.	2.12	2.13	2.11	2.12	2.14	2.12		Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0001	
								Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00026	
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun		Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{wR}$ )	0.01605	
								RSD <sub>wR</sub>	0.00756	
							Zaman dilimi sayısı(k)	% RSD <sub>wR</sub>	0.7559	
							Analizci sayısı (n)	n-1(genel)	11	
								(RSD2)*(n-1)	0.000629	
								Analizci 1 Ortalama	2.122	
								Analizci 2 Ortalama	2.123	
								Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.021	
								max-min	0.001	
								Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
								%RSD <sub>R</sub>	0.756	
								%HRSD <sub>R</sub>	3.572	
								Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	

Balık matriksinde Na için 0.50 mg/L ekleme ile uygulanan tekrarüretilebilirlik çalışması verileri Tablo 3.34'de verilmiştir. Bu sonuçlar yorumlandığında; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 2.69 mg/L ve 2.69 mg/L'dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 2.69 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda % RSD<sub>R</sub> %0.43 olarak tespit edildi. 0.50 mg/L eklenmiş numune için horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.45 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik RSD<sub>R</sub>'si hedef %HRSD<sub>R</sub>'den küçük olduğu için tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Analizciler arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı ve analizciler arasında paralel analizde (f(2)=2.8) 0.01 olarak bulundu. Analizciler aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.



Balık matriksinde Na için 2.00 mg/L eklenmiş örneğin tekrarüretilebilirlik çalışmaları sonuçları Tablo 3.35’de verilmiştir. Bu sonuçlar yorumlandığında; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 4.18 mg/L ve 4.18 mg/L’dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 4.18 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub>’si %0.24 olarak tespit edildi. 2.00 mg/L’lik konsantrasyon için horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.23 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik %RSD<sub>R</sub>’si hedef %HRSD<sub>R</sub>’den küçük olduğu için 2.00 mg/L standart eklenmiş numune için tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Analizcilerin arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı ve analizciler arasında paralel analizde (f(2)=2.8) 0.01 olarak bulundu. Analizciler aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Yapılan bu çalışmada orijinal balık matriksine 0.00, 0.50 ve 2.00 mg/L eklemeler yaparak çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Elde edilen %RSD<sub>R</sub> değerleri Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)’ne göre hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> değerlerinden küçük olduğu için uygulanan metodun balık matriksinde Na metali için validasyon parametresi uygundur sonucuna varılmıştır. Ayrıca yapılan çalışma farklı konsantrasyonlardaki balık matriksinde Na metali için birleştirilmiş %RSD<sub>R</sub>(pool) %0.52 olarak hesaplanmıştır. Hesaplanan bu %RSD<sub>R</sub>(pool) değeri %HRSD<sub>R</sub> olan %3.42 değerinden küçük olduğundan balık matriksinde Na metali için yapılan çalışmanın uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Hesaplaması yapılmış olan %RSD<sub>R</sub>(pool) değeri %HRSD<sub>R</sub> değerlerinden horrat değerleri hesaplanmış olup Tablo 3.33 ile 3.35 arasında ve Ek Tablo 12’de yer alan balık matriksinde çalışılan metaller için elde edilen horrat değerlerinin 2’nin altında olduğu tespit edilmiştir. Bu şekilde yapılan validasyon çalışmasında metod tekrarüretilebilirlik parametresi bakımından Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)’de verilen limitler içerisine olduğu yapılan karşılaştırma sonucunda anlaşılmıştır.

Tablo 3.36. Meyve Suyu matrisinde 0.05 mg/L tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT: Cd		GIDA TÜRÜ: M. SUYU					EKLENEN: 0.05 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.051
Anal. 1	0.051	0.050	0.049	0.050	0.050	0.051	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000
Anal. 2	0.051	0.050	0.048	0.053	0.052	0.052	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001
Ort.	0.051	0.050	0.049	0.052	0.051	0.052	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.00000
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00001
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.00267
							RSD <sub>WR</sub>	0.05274
							% RSD <sub>WR</sub>	5.2740
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0305963
							Analizci 1 Ortalama	0.050
							Analizci 2 Ortalama	0.051
							Tekrarlanabilirlik limiti ( $f(2)=2,8$ )	0.148
							max-min	0.001
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	5.274
							%HRSD <sub>R</sub>	6.266
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

Meyve suyu matrisinde Cd için orijinal numuneye 0.05 mg/L eklenerek yapılan tekrarüretilebilirlik çalışması verileri Tablo 3.36'de verilmiştir. Bu sonuçlar yorumlandığında; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 0.05 mg/L ve 0.05 mg/L'dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 0.05 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub> %5.27 olarak tespit edildi. 0.05 mg/L ekli numune için horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %6.27 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik %RSD<sub>R</sub>'si hedef %HRSD<sub>R</sub>'den küçük olduğu için 0.05 mg/L için tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Analizciler arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı ve analizciler arasında paralel analizde ( $f(2)=2.8$ ) 0.15 olarak bulundu. Analizcilerin aralarında tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Tablo 3.37. Meyve Suyu matriksinde Cd için 0.50 mg/L eklenmiş örnek için tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT:		Cd		GIDA TÜRÜ: M. SUYU			EKLENEN: 0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.498
Anal. 1	0.498	0.502	0.495	0.494	0.500	0.495	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00002
Anal. 2	0.498	0.501	0.493	0.497	0.502	0.496	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001
Ort.	0.498	0.502	0.494	0.496	0.501	0.496	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00001
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.00377
							RSD <sub>WR</sub>	0.00758
							% RSD <sub>WR</sub>	0.7582
							n-1(genel)	11
							(RSD2)* $(n-1)$	0.0006324
							Analizci 1 Ortalama	0.497
							Analizci 2 Ortalama	0.498
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.021
							max-min	0.001
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	0.758
							%HRSD <sub>R</sub>	4.443
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun

%RSD <sub>R</sub> (pool)	3.4180
%HRSD <sub>R</sub>	4.8980
HORRAT	0.6978

Meyve suyu matriksinde Cd için 0.50 mg/L eklenmiş numunede tekrarüretilebilirlik çalışması verileri Tablo 3.37’de verilmiştir. Bu sonuçlar yorumlandığında; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 2.69 mg/L ve 2.69 mg/L’ dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 2.69 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub>’si %0.43 olarak tespit edildi. 0.50 mg/L’lik konsantrasyon için horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.45 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik %RSD<sub>R</sub>’si hedef %HRSD<sub>R</sub>’ en küçük olduğu için 0.50 mg/L standart ekli numune için tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Analizciler arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı ve analizciler arasında paralel analizde (f(2)=2.8) 0.01 olarak bulundu. Analizciler aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Tablo 3.38. Meyve suyu matrisinde Cd için 2.00 mg/L eklenmiş numunenin tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT: Cd							GIDA TÜRÜ: M. SUYU		EKLENEN: 2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	2.006		
Anal. 1	1.994	1.999	2.021	2.010	2.012	1.994	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00038		
Anal. 2	1.996	1.995	2.001	2.052	2.002	1.999	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00268		
Ort.	1.995	1.997	2.011	2.031	2.007	1.997	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0012		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00268		
Zaman dilimi sayısı(k)							6	Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.05177	
Analizci sayısı (n)							2	RSD <sub>WR</sub>	0.02580	
							% RSD <sub>WR</sub>	2.5802		
							n-1(genel)	11		
							(RSD2)*-(n-1)	0.0073233		
							Analizci 1 Ortalama	2.01		
							Analizci 2 Ortalama	2.01		
							Tekrarlanabilirlik limiti ( $f(2)=2,8$ )	0.07		
							max-min	0.00		
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
							%RSD <sub>R</sub>	2.58		
							%HRSD <sub>R</sub>	3.60		
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

Meyve suyu matrisinde Cd için 2.00 mg/L eklenmiş numunenin tekrarüretilebilirlik çalışması sonuçları Tablo 3.38'de verilmiştir. Bu sonuçlar yorumlandığında; birinci ve ikinci analizcinin ortalama sonuçları sırasıyla 4.18 mg/L ve 4.18 mg/L'dir. Yapılan çalışmanın genel ortalaması 4.18 mg/L olarak bulunmuştur. Yapılan çalışmalar sonucunda %RSD<sub>R</sub>'si %0.24 olarak tespit edildi. 2.00 mg/L ekli numune için horwitz eşitliği kullanılarak hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> %3.23 olarak bulundu. Yapılan çalışmalar sonunda elde edilen tekrarüretilebilirlik %RSD<sub>R</sub>'si hedef %HRSD<sub>R</sub>'den küçük olduğu için 2.00 mg/L ekli numune için tekrarüretilebilirlik çalışmasının uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Analizciler arasındaki tekrarüretilebilirlik limiti kontrolü yapıldı, Analizciler arasında paralel analizde ( $f(2)=2.8$ ) 0.01 olarak bulundu. Analizciler aralarındaki tekrarüretilebilirlik limitleri farklı günlerde yapılan analizlerde ve analiz ortalamalarının değerlendirilmesinde uygun olarak bulundu.

Yapılan bu çalışmada orijinal numuneye 0.05, 0.50, 2.00 mg/L derişimlerde eklemeler yapılarak çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Elde edilen %RSD<sub>R</sub> değerleri Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)'ne göre

hesaplanan hedef %HRSD<sub>R</sub> değerlerinden küçük olduğu için uygulanan metodun meyve suyu matrisinde Cd metali için validasyon parametresi uygundur sonucuna varılmıştır. Ayrıca yapılan çalışma farklı konsantrasyonlardaki meyve suyu matrisinde Cd metali için birleştirilmiş %RSD<sub>R</sub>(pool) %0.52 olarak hesaplanmıştır. Hesaplanan bu %RSD<sub>R</sub> (pool) değeri %HRSD<sub>R</sub> olan %3.42 değerinden küçük olduğundan meyve suyu matrisinde Cd metali için yapılan çalışmanın uygun olduğu sonucuna varılmıştır. Hesaplaması yapılmış olan %RSD<sub>R</sub>(pool) değeri %HRSD<sub>R</sub> değerlerinden horrat değerleri hesaplanmış olup Tablo 3.36 ile 3.38 arasında ve Ek Tablo 13’de yer alan meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için elde edilen horrat değerlerinin 2’nin altında olduğu tespit edilmiştir.

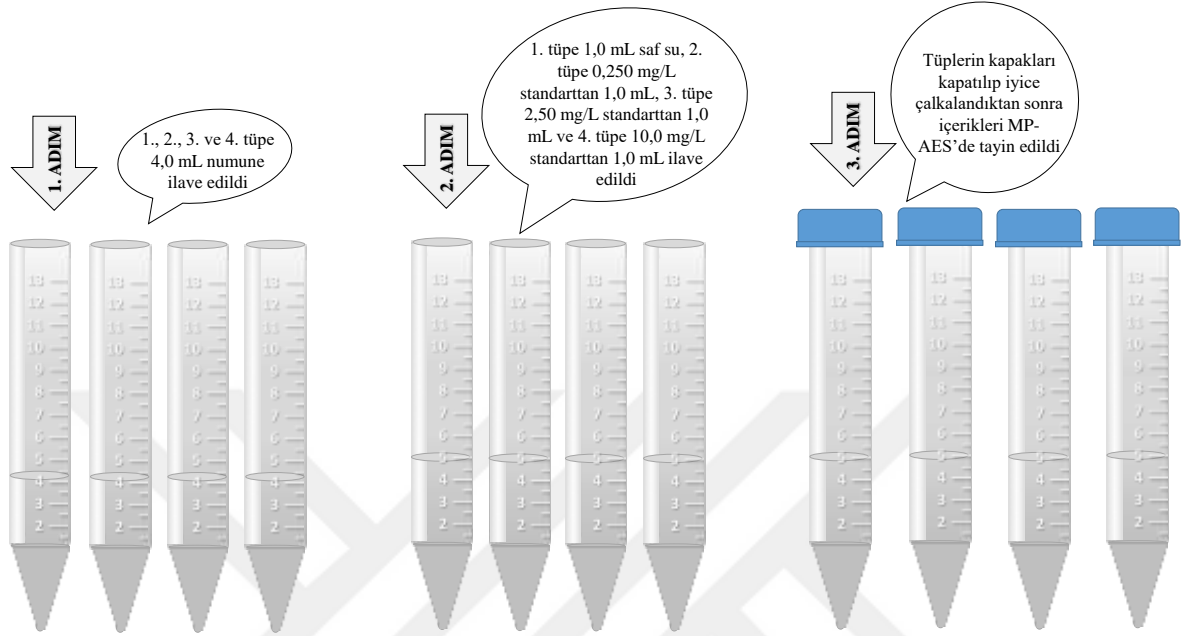
Yapılan validasyon çalışmasında metot tekrarüretilebilirlik çalışmasında bazı konsantrasyonlarda her iki analizcide elde edilen sonuçlardan hesaplanan %RSD<sub>R</sub> değeri %HRSD<sub>R</sub> değerinden büyük olduğu için uygun değil verileri elde edilmiş olup bunun sebebi çok düşük konsantrasyonlarda standart sapmalar büyüdüğü için elde edilen sonuçlar arasında bağıl olarak farklar da büyümektedir. Bu durum analitik ölçümlerde oldukça doğal karşılanmaktadır.

Yapılan validasyon çalışmasında metot tekrarüretilebilirlik parametresi bakımından Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)’nde verilen limitler içerisinde olduğu için yapılan tekrar üretilebilirlik çalışmasının genel anlamda uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

### **3.1.5. Ekleme – Geri Kazanma Çalışması Sonuçları**

Sistemin doğruluğunu test etmek için bir başka yöntem, ekleme – geri kazanma testleridir. Bu amaçla orijinal numune çözeltileri üzerine 3 seviyede eklemeler (0.050, 0.50 ve 2.00 mg/L) yapıldı ve çözeltiler MP-AES’de ölçülerek geri kazanım yüzdeleri hesaplandı. Uygulama prosedürü Şekil 3.9’da gösterilmiştir. İlk adımda öncelikle 15 mL hacimli 4 ayrı PP santrifüj tüpüne 4.0’er mL numune çözeltisi (lahana, un, balık ve meyve suyu numunelerinin mikrodalga fırında çözünürleştirildikten sonra hazırlanan çözeltileri) ilave edildi. İkinci adımda ise birinci tüp üzerine 1 mL saf su, ikinci tüp üzerine 0.250 mg/L standarttan 1.0 mL, üçüncü tüp üzerine 2.50 mg/L standarttan 1.0 mL ve dördüncü tüp üzerine de 10.0 mg/L standarttan 1.0 mL ilave edildi, Birinci tüpe herhangi bir standart ilave edilmediğinden eklenen standart derişimi 0 (sıfır) olarak kabul edildi. Diğer tüplere eklenen standartlar sonuç olarak 5 kat seyreltiğinden (4.0 mL numune + 1.0 mL standart, toplam 5.0

mL son hacim) eklenen standart derişimleri sırasıyla 0.050 mg/L, 0.50 mg/L ve 2.00 mg/L'dir. Tüpler çalkalandıktan sonra içerikleri MP-AES'de tayin dildi.



Şekil 3.9. Ekleme-geri kazanma testleri için uygulama prosedürü

Lahana matrisinde Ca, un matrisinde Mg, balık matrisinde Na ve meyve suyu matrisinde K için ekleme/geri alma çalışması verileri Tablo 3.39, 3.40, 3.41 ve 3.42'de verilmiştir. Lahana, un, balık ve meyve suyu matrislerinde yapılan diğer metallerin ekleme/geri alma çalışması verileri Ekler bölümünde yer alan Ek Tablo 6 ile Ek Tablo 13 arasında verilmiştir. 0.05 mg/L eklemelerde ölçümler için genelde Kalibrasyon-1 kullanılmıştır. Yani düşük derişim aralıklı standartlarla çizilen kalibrasyon grafikleri üzerinden okumalar yapıldı. Diğer seviyelerde (0.50 ve 2.00 mg/L) ise duruma göre daha yüksek derişim aralıklı Kalibrasyon-2 ve Kalibrasyon-3 kullanılmıştır, Sonuçlara bakıldığında, özellikle en düşük eklemelerde (0.05 mg/L) sistemin kantitatif geri kazanma aralığında (%95–105) kalmasına rağmen standart sapmaların bağıl olarak yüksek olduğu dikkati çekmektedir. Özellikle numunede yüksek içeriğe sahip metallerin (Ca, Mg, Na, K) üzerine çok düşük derişimlerin (0.05 mg/L) ilave edilmesi ve bunların da geri kazanımları oldukça güç olmaktadır. Bu parametre için oldukça çok sayıda denemeler yapılmıştır. Ayrıca yüksek içeriğin üzerine düşük derişim ilavesi için hangi aralıktaki kalibrasyonun tercih

edilmesi de zor bir karardır. Düşük derişim kalibrasyonunda yüksek derişim ve yüksek derişim kalibrasyonunda düşük derişim okumaları güçleşmektedir.

Tablo 3.39. Lahana matriksinde Ca için ekleme/geri alma çalışması verileri

GIDA TÜRÜ: LAHANA				GIDA TÜRÜ: LAHANA				GIDA TÜRÜ: LAHANA			
Ca (mg/L)		2.462		Ca (mg/L)		2.462		Ca (mg/L)		2.462	
Eklene (mg/L): 0.050				Eklene (mg/L): 0.500				Eklene (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.510	95.20 uygun	Analizci 1	1	2.957	98.96 uygun	Analizci 1	1	4.465	100.14 uygun
	2	2.513	100.24 uygun		2	2.955	98.56 uygun		2	4.429	98.31 uygun
	3	2.510	95.62 uygun		3	2.952	97.94 uygun		3	4.456	99.66 uygun
	4	2.511	97.18 uygun		4	2.950	97.59 uygun		4	4.472	100.46 uygun
	5	2.512	99.86 uygun		5	2.946	96.72 uygun		5	4.438	98.79 uygun
	6	2.515	104.53 uygun		6	2.977	102.85 uygun		6	4.446	99.16 uygun
	7	2.513	100.53 uygun		7	2.942	95.85 uygun		7	4.451	99.44 uygun
	8	2.513	101.87 uygun		8	2.982	103.92 uygun		8	4.478	100.76 uygun
	9	2.514	103.87 uygun		9	2.941	95.72 uygun		9	4.485	101.15 uygun
	10	2.515	104.53 uygun		10	2.961	99.72 uygun		10	4.421	97.94 uygun
Analizci 2	11	2.515	104.81 uygun	Analizci 2	11	2.964	100.23 uygun	Analizci 2	11	4.416	97.66 uygun
	12	2.514	102.54 uygun		12	2.966	100.70 uygun		12	4.406	97.16 uygun
	13	2.514	102.31 uygun		13	2.971	101.72 uygun		13	4.430	98.36 uygun
	14	2.510	95.17 uygun		14	2.976	102.70 uygun		14	4.506	102.16 uygun
	15	2.510	95.38 uygun		15	2.955	98.50 uygun		15	4.487	101.25 uygun
	16	2.515	104.29 uygun		16	2.949	97.25 uygun		16	4.461	99.94 uygun
	17	2.515	104.31 uygun		17	2.957	98.83 uygun		17	4.456	99.69 uygun
	18	2.515	104.32 uygun		18	2.970	101.43 uygun		18	4.422	97.96 uygun
	19	2.513	101.65 uygun		19	2.956	98.70 uygun		19	4.409	97.32 uygun
	20	2.513	100.31 uygun		20	2.951	97.77 uygun		20	4.479	100.83 uygun
%GK-Ortalama			100.93	%GK-Ortalama			99.28	%GK-Ortalama			99.41
%GK-Standart sapma			3.49	%GK-Standart sapma			2.33	%GK-Standart sapma			1.44
n			20	n			20	n			20
U <sub>x</sub> =Standart sapma/√n			0.779	U <sub>x</sub> =Standart sapma/√n			0.522	U <sub>x</sub> =Standart sapma/√n			0.322
U <sub>i</sub>			0.779	U <sub>i</sub>			0.522	U <sub>i</sub>			0.322
t deneysel			1.188	t deneysel			1.373	t deneysel			1.841
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090
t < t(kritik) ise U <sub>x</sub> , t ≥ t(kritik) ise U <sub>i</sub> kullanılır				t < t(kritik) ise U <sub>x</sub> , t ≥ t(kritik) ise U <sub>i</sub> kullanılır				t < t(kritik) ise U <sub>x</sub> , t ≥ t(kritik) ise U <sub>i</sub> kullanılır			

Lahana matriksinde Ca için ekleme/geri alma çalışmasında 0.050, 0.05 ve 2.0 mg/L eklemeler yapılmış olup bu eklemelerin geri alma oranları ortalama olarak sırasıyla %

100.93±3.49, %99.28±2.33 ve %99.41±1.44 bulunmuştur. Bu oranlar TGK 2017/7’de belirtilen %95–105 geri alma oranı aralığına uymaktadır. Her bir analizcinin yapmış olduğu her bir analiz için de ayrı ayrı değerlendirildiğinde bu oran TGK 2017/7’de bildirilen geri alma oranı aralığına uygundur.

Tablo 3.40. Un matriksinde Mg için ekleme/geri alma çalışması verileri

GIDA TÜRÜ: UN				GIDA TÜRÜ: UN				GIDA TÜRÜ: UN				
<b>Mg (mg/L)</b>		<b>1.906</b>		<b>Mg (mg/L)</b>		<b>1.906</b>		<b>Mg (mg/L)</b>		<b>1.906</b>		
<b>Eklene (mg/L): 0.050</b>				<b>Eklene (mg/L): 0.500</b>				<b>Eklene (mg/L): 2.000</b>				
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk	
Analizci 1	1	1.957	102.04	uygun	1	2.401	99.01	uygun	1	3.885	98.95	uygun
	2	1.954	95.04	uygun	2	2.390	96.69	uygun	2	3.891	99.25	uygun
	3	1.955	98.00	uygun	3	2.385	95.80	uygun	3	3.895	99.45	uygun
	4	1.954	95.05	uygun	4	2.400	98.80	uygun	4	3.890	99.17	uygun
	5	1.958	104.04	uygun	5	2.413	101.26	uygun	5	3.876	98.47	uygun
	6	1.958	102.64	uygun	6	2.405	99.81	uygun	6	3.901	99.75	uygun
	7	1.954	95.04	uygun	7	2.406	100.00	uygun	7	3.903	99.82	uygun
	8	1.959	104.96	uygun	8	2.395	97.80	uygun	8	3.911	100.25	uygun
	9	1.955	98.00	uygun	9	2.391	96.87	uygun	9	3.915	100.45	uygun
	10	1.955	97.82	uygun	10	2.400	98.67	uygun	10	3.885	98.95	uygun
Analizci 2	11	1.959	104.90	uygun	11	2.411	100.96	uygun	11	3.891	99.25	uygun
	12	1.957	101.37	uygun	12	2.406	99.94	uygun	12	3.884	98.90	uygun
	13	1.956	99.37	uygun	13	2.411	100.96	uygun	13	3.902	99.80	uygun
	14	1.959	104.90	uygun	14	2.387	96.24	uygun	14	3.915	100.45	uygun
	15	1.957	101.82	uygun	15	2.400	98.81	uygun	15	3.903	99.82	uygun
	16	1.955	98.05	uygun	16	2.411	101.00	uygun	16	3.890	99.17	uygun
	17	1.954	95.05	uygun	17	2.407	100.07	uygun	17	3.922	100.80	uygun
	18	1.954	96.04	uygun	18	2.408	100.27	uygun	18	3.896	99.51	uygun
	19	1.958	104.04	uygun	19	2.409	100.51	uygun	19	3.903	99.85	uygun
	20	1.959	104.96	uygun	20	2.400	98.78	uygun	20	3.912	100.29	uygun
%GK-Ortalama			100.16	%GK-Ortalama			99.11	%GK-Ortalama			99.62	
%GK-Standart sapma			3.82	%GK-Standart sapma			1.68	%GK-Standart sapma			0.62	
n			20	n			20	n			20	
Ux=Standart sapma/√n			0.853	Ux=Standart sapma/√n			0.375	Ux=Standart sapma/√n			0.138	
Ui			0.853	Ui			0.375	Ui			0.138	
t deneysel			0.185	t deneysel			2.360	t deneysel			2.771	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t ≥ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t ≥ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t ≥ t(kritik) ise Ui kullanılır				

Un matriksinde Mg için ekleme/geri alma çalışmasında 0.050, 0.05 ve 2.0 mg/L eklemeler yapılmış olup bu eklemelerin geri alma oranları ortalama olarak sırasıyla %100.16±3.82, %99.11±1.68 ve %99.62±0.62 olarak bulunmuştur. Bu oranlar TGK 2017/7’de bildirilen geri alma oranları %95–105 aralığına göre uygundur. Her bir analizcinin yapmış olduğu her bir analiz de ayrı ayrı değerlendirildiğinde bu oran TGK 2017/7’de bildirilen geri alma aralığına uymaktadır. 0.050 mg/L derişimde yapılan ekleme geri alma çalışmasında her iki analizcinin elde ettiği sonuçlar %95 – 105 aralığında olsa da bağıl standart sapmaları diğer eklemelere göre daha yüksektir. Bunun sebebi yukarıda da ifade edildiği gibi, orijinal matriksinde yüksek konsantrasyonda bulunan analite çok düşük miktarlarda ekleme yapıldığında, küçük konsantrasyon yüksek konsantrasyonun yanında çok düşük kaldığından ölçüm esnasında oynamalar yüksek olmakta ve düşük konsantrasyonları geri almada zorluklar yaşanmaktadır. Bu durum analitik ölçümlerde oldukça doğal karşılanmaktadır.

Balık matriksinde Na için ekleme/geri alma çalışmasında 0.050, 0.05 ve 2.0 mg/L eklemeler yapılmış olup bu eklemelerin geri alma oranları ortalama olarak sırasıyla %102.40±3.59, %99.59±1.23 ve %99.59±0.38 olarak bulunmuştur. Bu oranlar TGK 2017/7’de bildirilen geri alma aralığına uygundur. Her bir analizcinin yapmış olduğu her bir analiz ayrı ayrı değerlendirildiğinde, bu oranlar TGK 2017/7’de bildirilen geri alma oranlarına uygundur. Yine burada da yukarıda sebepleri belirtildiği gibi 0.050 mg/L konsantrasyonunda yapılan ekleme geri alma çalışmaları sonucunda elde edilen standart sapmalar bağıl olarak yüksektir. Ancak tüm sonuçlar %95–105 aralığında dağılmaktadır.

Meyve suyu matriksinde K için ekleme/geri alma çalışmasında 0.050, 0.05 ve 2.0 mg/L eklemeler yapılmış olup bu eklemelerin geri alma oranları ortalama olarak sırasıyla %101.21±2.24, %99.90±0.68 ve %99.85±0.22 olarak bulunmuştur. Bu oranlar TGK 2017/7’de bildirilen %95–105 geri alma oranı aralığına göre uygundur. Her bir analizcinin yapmış olduğu her bir analiz de ayrı ayrı değerlendirildiğinde bu oranlar TGK 2017/7’deki geri alma aralığına uygundur. Yine tüm 0.050 mg/L eklemelerde olduğu gibi burada da 0.05 mg/L eklemelerin geri alma oranlarında bağıl olarak yüksek standart sapma değerleri elde edilmiştir.

Tablo 3.41. Balık matriksinde Na için ekleme/geri alma çalışması verileri

GIDA TÜRÜ: BALIK				GIDA TÜRÜ: BALIK				GIDA TÜRÜ: BALIK			
Na (mg/L)		2.184		Na (mg/L)		2.184		Na (mg/L)		2.184	
Eklenen (mg/L): 0.050				Eklenen (mg/L): 0.500				Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.237	104.98 uygun	Analizci 1	1	2.672	97.58 uygun	Analizci 1	1	4.165	99.05 uygun
	2	2.237	104.73 uygun		2	2.678	98.64 uygun		2	4.170	99.30 uygun
	3	2.237	104.94 uygun		3	2.681	99.34 uygun		3	4.171	99.34 uygun
	4	2.237	104.90 uygun		4	2.700	103.05 uygun		4	4.169	99.25 uygun
	5	2.236	103.84 uygun		5	2.690	101.18 uygun		5	4.162	98.89 uygun
	6	2.235	101.84 uygun		6	2.686	100.24 uygun		6	4.171	99.34 uygun
	7	2.237	104.94 uygun		7	2.683	99.65 uygun		7	4.175	99.54 uygun
	8	2.237	104.90 uygun		8	2.683	99.80 uygun		8	4.182	99.89 uygun
	9	2.232	95.10 uygun		9	2.686	100.27 uygun		9	4.185	100.05 uygun
	10	2.233	97.85 uygun		10	2.686	100.24 uygun		10	4.186	100.10 uygun
Analizci 2	11	2.235	100.50 uygun	Analizci 2	11	2.678	98.71 uygun	Analizci 2	11	4.187	100.15 uygun
	12	2.237	104.93 uygun		12	2.681	99.39 uygun		12	4.180	99.80 uygun
	13	2.237	104.98 uygun		13	2.685	100.18 uygun		13	4.181	99.85 uygun
	14	2.237	104.60 uygun		14	2.680	99.10 uygun		14	4.178	99.66 uygun
	15	2.235	101.85 uygun		15	2.682	99.61 uygun		15	4.175	99.51 uygun
	16	2.232	95.05 uygun		16	2.678	98.64 uygun		16	4.180	99.80 uygun
	17	2.236	102.51 uygun		17	2.674	97.98 uygun		17	4.182	99.90 uygun
	18	2.232	95.85 uygun		18	2.684	99.99 uygun		18	4.171	99.35 uygun
	19	2.237	104.71 uygun		19	2.685	100.18 uygun		19	4.167	99.11 uygun
	20	2.237	104.99 uygun		20	2.675	98.04 uygun		20	4.185	100.04 uygun
%GK-Ortalama			102.40	%GK-Ortalama			99.59	%GK-Ortalama			99.59
%GK-Standart sapma			3.59	%GK-Standart sapma			1.23	%GK-Standart sapma			0.38
n			20	n			20	n			20
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.802	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.275	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.085
Ui			0.802	Ui			0.275	Ui			0.085
t deneysel			2.993	t deneysel			1.486	t deneysel			4.781
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Tablo 3.42. Meyve suyu matrisinde K için ekleme/geri alma çalışması verileri

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU				GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU				GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
K (mg/L)		1.166		K (mg/L)		1.166		K (mg/L)		1.166	
Eklene (mg/L): 0.050				Eklene (mg/L): 0.500				Eklene (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.217	101.64 uygun	Analizci 1	1	1.667	100.20 uygun	Analizci 1	1	3.165	99.95 uygun
	2	1.215	96.28 uygun		2	1.668	100.32 uygun		2	3.164	99.90 uygun
	3	1.216	99.68 uygun		3	1.669	100.58 uygun		3	3.163	99.82 uygun
	4	1.217	100.57 uygun		4	1.664	99.58 uygun		4	3.161	99.75 uygun
	5	1.216	99.84 uygun		5	1.666	99.91 uygun		5	3.167	100.02 uygun
	6	1.218	102.98 uygun		6	1.664	99.58 uygun		6	3.168	100.07 uygun
	7	1.219	104.58 uygun		7	1.667	100.05 uygun		7	3.163	99.82 uygun
	8	1.218	103.24 uygun		8	1.668	100.34 uygun		8	3.151	99.25 uygun
	9	1.218	102.79 uygun		9	1.672	101.08 uygun		9	3.154	99.40 uygun
	10	1.216	98.31 uygun		10	1.667	100.04 uygun		10	3.159	99.62 uygun
Analizci 2	11	1.216	98.49 uygun	Analizci 2	11	1.666	99.98 uygun	Analizci 2	11	3.163	99.82 uygun
	12	1.217	101.64 uygun		12	1.664	99.59 uygun		12	3.167	100.03 uygun
	13	1.218	103.25 uygun		13	1.663	99.37 uygun		13	3.166	99.98 uygun
	14	1.216	98.99 uygun		14	1.660	98.74 uygun		14	3.163	99.81 uygun
	15	1.217	101.91 uygun		15	1.657	98.05 uygun		15	3.166	99.98 uygun
	16	1.217	100.43 uygun		16	1.670	100.79 uygun		16	3.167	100.02 uygun
	17	1.216	99.83 uygun		17	1.667	100.20 uygun		17	3.168	100.07 uygun
	18	1.217	101.64 uygun		18	1.664	99.62 uygun		18	3.167	100.03 uygun
	19	1.219	104.43 uygun		19	1.666	99.91 uygun		19	3.162	99.79 uygun
	20	1.218	103.69 uygun		20	1.667	100.10 uygun		20	3.164	99.90 uygun
%GK-Ortalama			101.21	%GK-Ortalama			99.90	%GK-Ortalama			99.85
%GK-Standart sapma			2.24	%GK-Standart sapma			0.68	%GK-Standart sapma			0.22
n			20	n			20	n			20
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.500	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.151	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.049
Ui			0.500	Ui			0.151	Ui			0.049
t deneysel			2.422	t deneysel			0.653	t deneysel			3.029
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

### 3.1.6. Doğruluk Çalışması Sonuçları

Doğruluk analizi için üç farklı sertifikalı standart referans madde seçildi (SRM); BCR-679 White Cabage, INCT-MPH-2 Mixed Polish Herbs ve NIST RM 8418 Wheat Gluten. Her bir SRM'den analitik terazi ile 0,1 mg hassasiyette 0.5 g civarında tartımlar alındı ve mikrodalga fırının teflon beherlerine konuldu. Üzerlerine 6 mL der.HNO<sub>3</sub> ve 2 mL der.H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ilave edildi. Karışımlar mikrodalga fırında yüksek basınç altında yakıldı. Elde edilen berrak

çözeltiler ultra saf su ile kantitatif olarak 50 mL'ye tamamlandı ve içerdikleri metaller MP-AES'de tayin edildi. Ölçüm esnasında derişimi kalibrasyon grafiđi dođrusal aralıđının üzerine çıkan metaller için numuneler uygun oranlarda seyreltildi, Derişimleri cihazda önce mg/L olarak ölçülen metaller daha sonra Formül 3.8 yardımı ile seyreltme katsayıları da dikkate alınarak mg/kg'a dönüştürüldü.

MP-AES ile bulunan deđerler ilk etapta SRM'lerde bildirilen ortalama deđerler ile karşılaştırılarak %hata deđerleri hesaplandı, Tablo 3.43'den de görüldüğü gibi hata deđerleri genelde kabul edilebilir hata deđeri olan  $\mp\%5$  aralıđında kalmaktadır. Ancak bazı deđerler bu aralıđın dıřında kalmaktadır. Burada bazı metaller için MP-AES yönteminin uygun olmadığı düşünülebilir. Ancak standart sapma deđerleri bu karşılařtırmada göz ardı edildiğinden bu sonuçlar iki sonuç arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farkın olup olmadığını tam olarak göstermez, Bu nedenle, iki veri setinin ortalama deđerlerinin %95 güven seviyesinde istatistiksel olarak aynı olup olmadığını ortaya koyan t-testi bu karşılařtırmayı daha sağlıklı yapabilir.

t-testi ařađıda verilen Formül 3.9 ve 3.10 ile verilere uygulanabilir, Elde edilen deneysel t deđeri, kritik t deđeri ile karşılaştırılır, řayet  $t_{den} \leq t_{krit}$  veya  $t_{den} \geq -t_{krit}$  ise %95 güven seviyesinde iki sonuç arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farkın olmadığı sonucuna varılır. Bu test sonucunda elde edilen veriler Tablo 3.44'de verilmiřtir. Tablodan da görüldüğü gibi, tüm metaller için MP-AES ile yapılan ölçümlerden elde edilen sonuçlar ile sertifikalı deđerler arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark yoktur. Örneđin, NIST RM 8418 Wheat Gluten SRM için MP-AES ile Al deđeri sertifikalı deđere göre  $-\%13$  hata ile bulunmuřtur, Bu sonuç, ortalama deđerlerin karşılařtırılmasında kabul edilebilir  $\mp\%5$  hata deđerinin oldukça dıřında kalmaktadır. Ancak standart sapmalar dikkate alındığında, özellikle SRM'nin sertifikalı Al deđerinin standart sapmasının oldukça yüksek olmasından dolayı (RSD:  $\%27,8$ ) MP-AES'te ölçülen deđer ile sertifikalı deđer arasında %95 güven seviyesinde istatistiksel olarak anlamlı bir fark ortaya çıkmamaktadır.

$$t_{den} = \frac{\bar{x}_{den} - \bar{x}_{srm}}{S_{birleřik} \left( \sqrt{\frac{1}{N_{den}} + \frac{1}{N_{srm}}} \right)} \quad (3.9)$$

$$S_{birleřik} = \sqrt{\frac{(N_{den} - 1)s_{den}^2 + (N_{srm} - 1)s_{srm}^2}{(N_{den} + N_{srm} - 2)}} \quad (3.10)$$

- $t_{den}$  : deneysel t değeri  
 $\bar{x}_{den}$  : deneysel değer ortalaması  
 $\bar{x}_{srm}$  : sertifikalı değer ortalaması  
 $s_{birleşik}$  : birleşik standart sapma  
 $N_{den}$  : deneysel tekrar sayısı  
 $N_{srm}$  : sertifikalı değer tekrar sayısı  
 $s_{den}$  : deneysel değer standart sapması  
 $s_{srm}$  : sertifikalı değer standart sapması

Tablo 3.43. Yöntemin doğruluğu için yapılan standart referans madde (SRM) analizi sonuçları (N: 3, sonuçlar; C  $\pm$  s olarak verilmiştir.)

		BCR-679 WHITE CABBAGE			INCT-MPH-2 MIXED POLISH HERBS			NIST RM 8418 WHEAT GLUTEN		
		C <sub>SRM</sub>	C <sub>N</sub>	H (%)	C <sub>SRM</sub>	C <sub>N</sub>	H (%)	C <sub>SRM</sub>	C <sub>N</sub>	H (%)
1	Ca	7768 $\pm$ 655	7241 $\pm$ 483	-6,8	10800 $\pm$ 700	9902 $\pm$ 116	-8,3	369 $\pm$ 35	378,6 $\pm$ 19,1	2,6
2	Mg	1362 $\pm$ 127	1279 $\pm$ 52	-6,1	2920 $\pm$ 180	2774 $\pm$ 101	-5,0	510 $\pm$ 47	478,5 $\pm$ 18,9	-6,2
3	Na	--	845,5 $\pm$ 67,4	-	350 -	376,1 $\pm$ 31,5	7,5	1420 $\pm$ 110	1472,3 $\pm$ 85,4	3,7
4	K	--	26668 $\pm$ 842	-	19100 $\pm$ 1200	18332 $\pm$ 610	-4,0	472 $\pm$ 61	459,8 $\pm$ 8,9	-2,6
5	Fe	55,0 $\pm$ 2,5	56,3 $\pm$ 1,7	2,4	460 -	518,6 $\pm$ 5,7	12,7	54,3 $\pm$ 6,8	51,5 $\pm$ 1,4	-5,2
6	Zn	79,7 $\pm$ 2,7	79,9 $\pm$ 4,4	0,2	33,5 $\pm$ 2,1	31,4 $\pm$ 1,9	-6,4	53,8 $\pm$ 3,7	53,1 $\pm$ 2,0	-1,3
7	Cu	2,89 $\pm$ 0,12	3,03 $\pm$ 0,42	4,8	7,77 $\pm$ 0,53	8,26 $\pm$ 0,18	6,3	5,94 $\pm$ 0,72	5,75 $\pm$ 0,34	-3,1
8	Al	--	5,56 $\pm$ 0,20	-	670 $\pm$ 111	635,2 $\pm$ 8,7	-5,2	10,8 $\pm$ 3,0	9,40 $\pm$ 0,36	-13,0
9	Mn	13,3 $\pm$ 0,5	13,97 $\pm$ 0,26	5,1	191 $\pm$ 12	199,5 $\pm$ 1,8	4,5	14,3 $\pm$ 0,8	13,66 $\pm$ 0,13	-4,5
10	Cd	1,66 $\pm$ 0,07	1,71 $\pm$ 0,07	3,2	0,199 $\pm$ 0,015	<TSA	-	0,064 $\pm$ 0,022	<TSA	-
11	Co	--	<TSA	-	0,210 $\pm$ 0,025	<TSA	-	0,010 $\pm$ 0,006	<TSA	-
12	Ni	27 $\pm$ 0,8	25,24 $\pm$ 0,20	-6,5	1,57 $\pm$ 0,16	1,63 $\pm$ 0,15	3,5	0,13 $\pm$ 0,04	<TSA	-
13	Pb	--	5,52 $\pm$ 0,32	-	2,16 $\pm$ 0,23	2,32 $\pm$ 0,07	7,3	0,10 $\pm$ 0,05	<TSA	-
14	Cr	0,6 $\pm$ 0,1	<TSA	-	1,69 $\pm$ 0,13	1,68 $\pm$ 0,054	-0,6	0,053 $\pm$ 0,013	<TSA	-

TSA : Tayin sınırının altında

C<sub>SRM</sub>: Standart referans maddenin sertifikalı değeri (mg/kg)

C<sub>N</sub> : MP-AES ile ölçülen deneysel değer (mg/kg)

H (%) : Hata  $\left( \frac{C_{SRM} - C_N}{C_{SRM}} \times 100 \right)$

s : Standart sapma  $\left( \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N-1}} \right)$

$x_i$  : Tekil ölçümler

$\bar{x}$  : Ortalama değer

N : Tekrar sayısı

Tablo 3.44. İki veri setinin ortalamasının karşılaştırılması için t-testi sonuçları

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
	Ca	Mg	Na	K	Fe	Zn	Cu	Al	Mn	Cd	Co	Ni	Pb	Cr
$\bar{x}_{srm}$	7768	1362	-*	-*	55	80	2.89	-*	13.3	1.66	-*	27.0	-*	0.6
$s_{srm}$	655	127	-	-	2.5	2.7	0.12	-	0.5	0.07	-	0.8	-	0.1
$N_{srm}$	13	10	-	-	13	20	15		13	15	-	22	-	5
$\bar{x}_{den}$	7241	1279	845	26668	56.3	79.9	3.03	5.56	14.0	1.71	<LOQ	25.2	5.52	<LOQ
$s_{den}$	483	52	67.39	843	1.66	4.44	0.42	0.20	0.26	0.07	-	0.17	0.32	-
$N_{den}$	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
$s_{bir.}$	633	117	-	-	2.40	2.91	0.19	-	0.47	0.07	-	0.77	-	-
$t_{krit.}$	2.080	2.101			2.08	2.1	2.12		2.14	2.12		2.07		
$t_{den}$	<b>0.533</b>	<b>0.469</b>	-	-	<b>-0.356</b>	<b>-0.037</b>	<b>-0.472</b>	-	<b>-0.911</b>	<b>-0.482</b>	-	<b>1.416</b>	-	-
<b>Sonuç</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>			<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>		<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>		<b>Fark yok</b>		

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
	Ca	Mg	Na	K	Fe	Zn	Cu	Al	Mn	Cd	Co	Ni	Pb	Cr
$\bar{x}_{srm}$	10800	2920	350	19100	460	33.5	7.77	670	191	0.199	0.21	1.57	2.16	1.69
$s_{srm}$	700	180	-**	1200	-**	2.10	0.53	111	12	0.02	0.03	0.16	0.23	0.13
$N_{srm}$	109	109	-	109	-	109	109	109	109	109	109	109	109	109
$\bar{x}_{den}$	9902	2774	376	18332	519	31.4	8.26	635.2	199.5	<LOQ	<LOQ	1.63	2.32	1.68
$s_{den}$	116	101	31	610	6	1.9	0.18	8.7	1.8	-	-	0.15	0.07	0.05
$N_{den}$	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
$s_{bir.}$	694	179	-	1192	-	2.10	0.53	110.0	11.9	-	-	0.16	0.23	0.13
$t_{krit.}$	1.98	1.98		1.98		1.98	1.98	1.98	1.98			1.98	1.98	1.98
$t_{den}$	<b>0.757</b>	<b>0.476</b>	-	<b>0.377</b>	-	<b>0.596</b>	<b>-0.543</b>	<b>0.185</b>	<b>-0.420</b>	-	-	<b>-0.202</b>	<b>-0.404</b>	<b>0.043</b>
<b>Sonuç</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>		<b>Fark yok</b>		<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>			<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
	Ca	Mg	Na	K	Fe	Zn	Cu	Al	Mn	Cd	Co	Ni	Pb	Cr
$\bar{x}_{srm}$	369	510	1420	472	54.3	53.8	5.94	10.8	14.3	0.064	0.010	0.13	0.10	0.053
$s_{srm}$	35	47	110	61	6.8	3.7	0.72	3.0	0.8	0.022	0.006	0.04	0.05	0.013
$N_{srm}$	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
$\bar{x}_{den}$	379	479	1472.3	459.8	51.5	53.1	5.75	9.40	13.66	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
$s_{den}$	19	19	85.4	8.9	1.4	2.0	0.34	0.36	0.13	-	-	-	-	-
$N_{den}$	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
$s_{bir.}$	33	43	106	55	6.18	3.45	0.67	2.72	0.73	-	-	-	-	-
$t_{krit.}$	2.20	2.20	2.20	2.20	2.20	2.20	2.20	2.20	2.20	-	-	-	-	-
$t_{den}$	<b>-0.192</b>	<b>0.479</b>	<b>-0.325</b>	<b>0.145</b>	<b>0.301</b>	<b>0.135</b>	<b>0.184</b>	<b>0.340</b>	<b>0.583</b>	-	-	-	-	-
<b>Sonuç</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	<b>Fark yok</b>	-	-	-	-	-

\* Herhangi bir sertifikalı değer bildirilmemiştir. \*\* Sertifikalı değer değildir. bilgi amaçlı verilmiştir.

Not:  $t_{den} \leq t_{krit}$  veya  $t_{den} \geq -t_{krit}$  ise %95 güven seviyesinde iki sonuç arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark yoktur.

### 3.1.7. Toplam Belirsizlik Analizi Sonuçları

Gıda kontrol labratuvarlarının birincil görevi; güvenilir, doğru ve tekraredilebilen sonuçlar elde etmek ve analiz sonuçlarını zamanında rapor etmektir. Kontrol labratuvarlarının yaptığı analizler ile elde edilen sonuçlar doğrultusunda düzenlenen raporlar, uygunluk değerlendirmesi sürecini etkileyeceği için büyük bir öneme sahiptir. Gıda kontrol labratuvarları bu sorumluluğu sürekli yaptıkları analitik çalışmalarına ve çalışmalardan elde ettikleri sonuçlara göre yerine getirirler. Yapılan analizler sonucunda bir takım faktörlerin etkisiyle elde edilen sonuçlar ile aranan analitin gerçek değeri arasında fark oluşur. Bu farkların değerlendirilebilmesi için ölçüm belirsizliği kavramı ortaya çıkmıştır. Ölçüm belirsizliği kavramı, yapılan analiz çalışmaları esnasında meydana gelen ve analiz sonuçlarının doğruluğunu etkileyen faktörlerdir (Erkmen, 2019).

Yapılan çalışmalar esnasında matrisk etkisi, referans maddelerden gelen, analizin yapıldığı ortamdan kaynaklı faktörler, kütleli ve hacimsel belirsizlikler, analiz yöntemleri ve basamaklarına etki eden durumlar gibi faktörler analiz sonuçlarının belirsizliğine katkı sunmaktadır. Ölçüm belirsizliği, analiz sonucunda elde edilen verilerin aranan analitin gerçek değerine ne derece yakın olduğunu gösterir. Raporlama esnasında analizin ölçüm belirsizliğinin verilmesi, raporu kullananlara analiz sonuçlarının kalitesi hakkında bilgi verir (Erkmen, 2019).

Türk Akreditasyon Kurumu'nun yayınladığı Deney/Analiz Sonuçlarındaki Ölçüm Belirsizliği Tahmini İçin TÜRKAK Prensipleri R20,02 Rehberi ve Tarım ve Orman Bakanlığı'nın yayınlamış olduğu Kimyasal Ve Fiziksel Analizlerde Ölçüm Belirsizliği Rehberi'nde anlatıldığı gibi yukarıdan aşağı yaklaşımı ve aşağıdan yukarı yaklaşımı gibi 2 farklı yaklaşımla ölçüm belirsizliği hesaplanır. Yukarıdan aşağı yaklaşımıyla belirsizlik hesaplamasında tekrarlanabilirlik, tekrarüretilebilirlik ve gerçeklik parametrelerinden elde edilen veriler kullanılır. Bir diğer yöntem olan aşağıdan yukarıya yaklaşımıyla belirsizlik hesaplamasında yapılan analiz sürecindeki her bir basamağın belirsizliği tahmin edilip ayrı ayrı hesaplanır. Hesaplanan bu belirsizlikler birleştirilerek toplam birleşik belirsizlik hesaplanır (Erkmen, 2019).

Bu tez çalışmasında yukarıdan aşağı yaklaşımı kullanılmıştır. Bu yaklaşım tekrarlanabilirlik, tekrarüretilebilirlik ve gerçeklik çalışmalarından gelen belirsizliklerin hesaplanması ile elde edilen belirsizlik hesaplama yöntemidir. Hesaplanan standart belirsizlikler kullanılarak birleştirilmiş belirsizlik hesaplandı. Belirsizlik değeri %95 güven

aralığında  $k=2$  için genişletilmiş belirsizlik hesaplandı. Belirsizlik sonucu verilirken aşağıdaki hesaplama yöntemi kullanılmıştır:

$$\begin{aligned} \text{Toplam birleşik belirsizlik} &= \text{Relatif birleşik belirsizlik} * \text{Ölçüm sonucu} \\ * \text{Genişletilmiş toplam birleşik belirsizlik} &= \text{Genişletilmiş relatif} \\ &\text{birleşik belirsizlik (UG)} * \text{Ölçüm} \\ &\text{sonucu (X)} \end{aligned}$$

Yapılan validasyon çalışmaları sonucu elde edilen tekrarlanabilirlik, tekrarüretilebilirlik ve gerçeklik çalışması sonucunda elde edilen verilerden hesaplanan, lahana matriksinde Ca, un matriksinde Mg, balık matriksinde Na ve meyve suyu matriksinde K için ölçüm belirsizliği hesaplaması sonucunda elde edilen veriler Tablo 3.45, 3.46, 3.47 ve 3.48'da verilmiştir. Lahana, un, balık ve meyve suyu matrikslerinde yapılan diğer metallerin verileri Ekler bölümünde yer alan Ek Tablo 14 ile Ek Tablo 17 arasında verilmiştir.

Tablo 3.45. Lahana matrisinde Ca metali için genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonucu

<b>TOPLAM BELİRSİZLİK</b>			
<b>Parametre</b>	<b>Değer (X)</b>	<b>u(X)</b>	<b>u(X)/X</b>
Gerçeklik (bias)	100,06	0,82	0,008
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,014
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,02	0,021
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,05</b>

\*%95 güven aralığı,  $k=2$

Tablo 3.46. Un matrisinde Mg metali için genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonucu

<b>TOPLAM BELİRSİZLİK</b>			
<b>Parametre</b>	<b>Değer (X)</b>	<b>u(X)</b>	<b>u(X)/X</b>
Gerçeklik (bias)	100,23	0,76	0,008
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,019
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,011
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,05</b>

\*%95 güven aralığı,  $k=2$

Tablo 3.47. Balık matrisinde Na metali için genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonucu

<b>TOPLAM BELİRSİZLİK</b>			
<b>Parametre</b>	<b>Değer (X)</b>	<b>u(X)</b>	<b>u(X)/X</b>
Gerçeklik (bias)	101,15	0,81	0,008
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,016
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,005
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,04</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Tablo 3.48. Meyve suyu matrisinde K metali genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonucu

<b>TOPLAM BELİRSİZLİK</b>			
<b>Parametre</b>	<b>Değer (X)</b>	<b>u(X)</b>	<b>u(X)/X</b>
Gerçeklik (bias)	100,21	0,45	0,005
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,017
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,013
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,04</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Analiz sonuçlarının ölçüm belirsizliğinin hesaplaması ile raporlanması bir örnekle açıklanacak olursa;

Toplam Bileşik Belirsizlik = Relatif Bileşik Belirsizlik \* Ölçüm Belirsizliği

Genişletilmiş Toplam Bileşik Belirsizlik = Genişletilmiş Relatif Bileşik \* Ölçüm

Belirsizlik

Belirsizliği

Raporlama  $X \pm U \cdot X$

%95 Güven aralığında k=2

X=Ölçüm Sonucu

Meyve Suyunda Ca metaline ait analitik sonuç;

Meyve Suyunda Ca: 1.05 mg/L olarak bulunmuştur.

Genişletilmiş belirsizlik UG = 0.04 (k=2 % 95) hesaplanmıştır.

Ölçüm belirsizliği = 1.05 x 0.04

Ölçüm belirsizliği = 0.042 mg/L

## RAPORLAMA

<u>Analizler</u>	<u>Sonuc</u>	<u>Ölçüm</u> <u>Limiti</u>	<u>Ölçüm</u> <u>Belirsizliği</u>	<u>Analiz</u> <u>Metodu</u>
1. Meyve Suyunda Ca:	1,05 mg/L*	0,025-5,0 mg/l	0,042 mg/L*	işletme içi metot

\* k=2 %95 güven aralığında analitik sonuç x UG ile elde edilen Ö.B. sonucu

Ölçüm belirsizliği, yapılan analiz sonuçlarının valide edilmiş analiz metotları ve cihazları ile elde edildiğini ve yapılan analizin güvenilirlik seviyesini göstermektedir. Ayrıca ölçüm sonuçlarının dağılımını gösteren bir değerdir. Ölçüm belirsizliği, analiz limitlerine uygunluğun değerlendirilmesi açısından önemlidir. Lahana, un, balık ve meyve suyu matrikslerinde Ca, Mg, Na, K, Fe, Zn, Cu, Al, Mn, Cd, Co, Ni, Pb ve Cr metallerinin analizleri ile ilgili validasyon çalışmalarının ölçüm belirsizliği %95 güven aralığında hesaplanmış olup elde edilen veriler Tablo 3.48 de raporlanmıştır.

Tablo 3.49. Yapılan çalışmalar sonucu elde edilen sonuçların ve ölçüm belirsizliğinin raporlanması

	SIRA	ANALİZ	SONUÇ (mg/L)	GENİŞLETİLMİŞ BELİRSİZLİK (mg/L)	ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ (mg/L)	SONUÇ (mg/kg)	ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ (mg/kg)
LAHANA	1	Ca	3.04	0.05	0.15	25229	1261
	2	Mg	2.62	0.04	0.10	2176	87
	3	Na	1.22	0.06	0.07	1011	61
	4	K	3.32	0.04	0.13	27538	1102
	5	Fe	1.04	0.06	0.06	86.0	5.2
	6	Zn	0.23	0.08	0.02	18.9	1.5
	7	Cu	0.12	0.10	0.01	10.1	1.0
	8	Al	0.23	0.11	0.03	19.5	2.1
	9	Mn	0.58	0.06	0.03	47.8	2.9
	10	Cd	< LOD	0.10	-	< LOD	-
	11	Co	< LOD	0.09	-	< LOD	-
	12	Ni	< LOD	0.12	-	< LOD	-
	13	Pb	0.05	0.16	0.01	4.3	0.7
	14	Cr	0.06	0.17	0.01	5.4	0.9

Tablo 3.49 (Devamı)

	SIRA	ANALİZ	SONUÇ (mg/L)	GENİŞLETİLMİŞ BELİRSİZLİK (mg/L)	ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ (mg/L)	SONUÇ (mg/kg)	ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ (mg/kg)
UN	15	Ca	2.35	0.05	0.12	192	976
	16	Mg	2.38	0.05	0.12	194	988
	17	Na	0.23	0.06	0.01	19	117
	18	K	2.03	0.05	0.10	1656	842
	19	Fe	0.21	0.05	0.01	17	85
	20	Zn	0.06	0.04	0.00	5	19
	21	Cu	0.06	0.09	0.01	5	42
	22	Al	0.11	0.05	0.01	9	47
	23	Mn	0.10	0.05	0.00	8	41
	24	Cd	< LOD	0.06	-	< LOD	-
	25	Co	< LOD	0.08	-	< LOD	-
	26	Ni	< LOD	0.09	-	< LOD	-
	27	Pb	< LOD	0.08	-	< LOD	-
28	Cr	< LOD	0.07	-	< LOD	-	
BALIK	29	Ca	4.24	0.05	0.21	419	1756
	30	Mg	3.45	0.04	0.14	683	1144
	31	Na	2.65	0.04	0.11	5247	879
	32	K	2.22	0.04	0.09	4397	737
	33	Fe	0.27	0.02	0.01	27	45
	34	Zn	0.16	0.10	0.02	16	131
	35	Cu	0.05	0.09	0.00	5	38
	36	Al	0.05	0.07	0.00	5	30
	37	Mn	0.02	0.15	0.00	2	26
	38	Cd	< LOD	0.10	-	< LOD	-
	39	Co	< LOD	0.07	-	< LOD	-
	40	Ni	0.03	0.10	0.00	3	26
	41	Pb	0.07	0.06	0.00	7	35
	42	Cr	< LOD	0.06	-	< LOD	-
MEYVE SUYU	43	Ca	1.30	0.04	0.052	-	-
	44	Mg	1.40	0.04	0.056	-	-
	45	Na	2.62	0.04	0.105	-	-
	46	K	1.44	0.04	0.057	-	-
	47	Fe	0.15	0.06	0.009	-	-
	48	Zn	< LOD	0.07	-	-	-
	49	Cu	0.05	0.19	0.010	-	-
	50	Al	0.10	0.04	0.004	-	-
	51	Mn	0.02	0.07	0.002	-	-
	52	Cd	< LOD	0.07	-	-	-
	53	Co	< LOD	0.12	-	-	-
	54	Ni	< LOD	0.07	-	-	-
	55	Pb	< LOD	0.07	-	-	-
	56	Cr	< LOD	0.09	-	-	-

#### 4. SONUÇ ve ÖNERİLER

Yapılan bu çalışmada Ca, Mg, Na, K, Fe, Zn, Cu, Al, Mn, Cd, Co, Ni, Pb, Cr metalleri için LOD değerleri sırasıyla 1.1, 1.4, 3.7, 0.8, 3.9, 12.6, 1.1, 1.5, 1.3, 4.7, 4.3, 4.1, 7.0, 1.6 µg/L, LOQ değerleri sırasıyla 3.6, 4.6, 12.5, 2.6, 13.0, 41.9, 3.7, 5.0, 4.4, 15.5 14.4, 13.6, 23.5, 5.2 µg/L olarak bulundu. Elde edilen bu değerlerin uygunluğu 5 farklı noktada kontrolü yapıldı. Yapılan bu validasyon çalışmasına ait LOD ve LOQ parametreleri TGK 2017/7 Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliğinde verilen limitleri karşıladığı için uygundur.

Lahana, un, balık ve meyve suyu matrikslerinde 0.050, 0.50 ve 2.0 mg/ olmak üzere 3 farklı seviyede eklemelerle Ca, Mg, Na, K, Fe, Zn, Cu, Al, Mn, Cd, Co, Ni, Pb ve Cr metalleri için uygulanan geri alma çalışmaları sonucunda geri alma oranları %98.49 ile %104.19 arasında değişmiştir. Yapılan çalışmalarda, geri kazanım iyi analitik performans göstermiş ve elde edilen üç farklı konsantrasyondaki sonuçlar Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)'nde verilen limitler olan %95 ile %105 aralığında olduğundan çalışmalarda kullanılan MP-AES cihazından elde edilen verilerin güvenilir sonuç elde edilebilirliği tespit edilmiş oldu.

Validasyon parametresi olarak yapılan tekrarlanabilirlik çalışmasında lahana, un, balık ve meyve suyu matrikslerinde Ca, Mg, Na, K, Fe, Zn, Cu, Al, Mn, Cd, Co, Ni, Pb ve Cr metalleri için çalışmalar yapılmış olup bu çalışmalar sonucunda elde edilen birleştirilmiş %RSD<sub>r(pool)</sub> lahana matriksi için sırasıyla %1.41, %1.74, %1.75, %1.68, %1.85, %1.37, %1.65, %1.80, %1.56, %1.17, %1.10, %0.54, %1.43, %0.82 olarak; un matriksi için sırasıyla %1.83, %1.89, %1.53, %1.74, %1.87, %0.83, %0.72, %0.35, %1.24, %0.54, %1.47, %1.13, %1.63, %1.57 olarak; balık matrisi için sırasıyla %1.67, %1.56, %1.61, %1.79, %0.46, %0.46, %0.72, %0.29, %0.58, %0.43, %1.07, %0.22, %0.55, %0.99 olarak; meyve suyu matriksi için sırasıyla %1.66, %1.55, %1.76, %1.69, %0.94, %0.64, %0.49, %0.71, %0.42, %0.61, %0.69, %0.51, %0.71, %1.31 olarak hesaplandı. %HRSD<sub>r</sub> değerleri ise lahana matriksi için sırasıyla %2.23, %2.28, %2.56, %2.20, %2.63, %2.80, %3.62, %2.80, %2.87, %2.93, %2.93, %2.92, %2.90, %2.89 olarak; un matriksi için sırasıyla %2.32, %2.32, %3.30, %2.37, %3.36, %2.88, %2.88, %02.84, %2.86, %2.93, %2.94, %2.94, %2.93, %2.94 olarak; balık matriksi için sırasıyla %2.12, %2.52, %3.58, %2.34, %2.74, %2.82, %2.89, %2.89,

%2.91, %2.93, %2.93, %2.90, %2.87, %2.94 olarak; meyve suyu matriksi için sırasıyla %2.54, %2.51, %2.28, %2.50, %2.81, %2.93, %2.88, %2.85, %2.91, %2.93, %2.93, %2.90, %2.87, %2.94 olarak bulunmuştur. Elde edilen bu sonuçlar çerçevesinde %RSD<sub>r</sub>(pool) değerleri. %HRSD<sub>r</sub> değerlerinden küçük olduğu için yapılan çalışmanın uygun olduğu birleştirilmiş relatif standart sapma değerlendirmesi yapılmış oldu. Yapılan bu çalışmayla MP-AES cihazıyla yapılan çalışmalarda elde edilen %RSD<sub>r</sub> değerlerinin uygun olduğu tespit edilmiş oldu ve aynı zamanda yapılan validasyon çalışmasında metot tekraredebilirlik parametresi bakımında Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)'inde verilen değerler ile karşılaştırılarak elde edilen değerler tebliğde belirtilen limitleri içerisinde yer aldığı sonucuna varılmıştır. Validasyon parametresi olarak yapılan tekrarüretilebilirlik çalışmasında lahana, un, balık ve meyve suyu matrikslerinde Ca, Mg, Na, K, Fe, Zn, Cu, Al, Mn, Cd, Co, Ni, Pb ve Cr metalleri için çalışmalar yapılmış olup bu çalışmalar sonucunda elde edilen birleştirilmiş %RSD<sub>R</sub>(pool) lahana matrisi için sırasıyla %2.13, %1.60, %2.04, %1.05, %2.41, %3.85, %4.56, %5.29, %2.79, %5.10, %4.55, %5.79, %8.00, %8.31 olarak; un matriksi için sırasıyla %1.15, %1.11, %2.47, %1.27, %1.52, %1.77, %4.65, %2.63, %2.02, %2.83, %3.93, %4.38, %3.56, %3.01 olarak; balık matriksi için sırasıyla %1.52, %1.08, %0.52, %1.13, %0.63, %4.74, %4.34, %3.32, %7.32, %4.95, %3.18, %4.90, %3.06, %3.01 olarak; meyve suyu matriksi için sırasıyla %1.34, %1.03, %0.57, %1.27, %3.06, %3.59, %9.50, %1.70, %3.54, %3.42, %5.76, %3.56, %3.52, %4.46 olarak hesaplandı. %HRSD<sub>r</sub> değerleri ise lahana matriksi için sırasıyla %3.36, %3.43, %3.74, %3.33, %3.80, %4.38, %4.61, %4.30, %4.03, %4.90, %4.90, %4.91, %4.95, %4.87 olarak un matriksi için sırasıyla %3.47, %3.47, %4.36, %3.53, %4.41, %4.91, %4.93, %4.64, %4.62, %4.90, %4.90, %4.90, %4.90, %4.91 olarak; balık matriksi için sırasıyla %3.23, %3.31, %3.42, %3.50, %4.30, %4.51, %4.97, %4.87, %5.34, %4.90, %4.90, %5.19, %4.84, %4.91 olarak; meyve suyu matriksi için sırasıyla %3.71, %3.68, %3.43, %3.67, %4.52, %4.90, %4.94, %4.69, %5.23, %4.90, %4.91, %4.90, %4.89, %4.91 olarak bulunmuştur. Elde edilen bu sonuçlar çerçevesinde %RSD<sub>R</sub>(pool) değerleri. %HRSD<sub>R</sub> değerlerinden küçük olduğu için yapılan çalışmanın uygun olduğu birleştirilmiş relatif standart sapma değerlendirmesi yapılmış oldu. Elde edilen bu sonuçlar ile horwitz (horrat ) değerleri hem tekrarlanabilirlik hemde tekrar üretilebilirlik için hesaplamaları yapılmış olup horrat değerleri 2 nin altında olduğu ve Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Eser Elementler ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz

Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2017/7)nde yer alan limitler içersinde olduğu sonucuna varılmıştır. Ölçüm sonuçlarını karşılaştırması yapılırken ve limitlere uygunluğu bakımından karar verme aşamasında çok önemlidir. Lahana, un, balık ve meyve suyu matrikslerinde Ca, Mg, Na, K, Fe, Zn, Cu, Al, Mn, Cd, Co, Ni, Pb ve Cr metalleri için yapılan validasyon çalışmasında ölçüm belirsizliği  $k=2$  %95 güven aralığında genişletilmiş belirsizlik lahana matriksi için sırasıyla  $\pm 1261, 87, 61, 1102, 5.2, 1.5, 1.0, 2.1, 2.9, -, -, -$ ,  $0.7$  ve  $0.9$  mg/kg olarak; un matriksi için sırasıyla  $\pm 976, 988, 117, 842, 85, 19, 42, 47, 41, -, -, -$  ve  $-$  mg/kg olarak; balık matriksi için sırasıyla  $\pm 1756, 1144, 879, 737, 45, 131, 38, 30, 26, -, -, 26, 35$  ve  $-$  mg/kg % olarak; meyve suyu matriksi için sırasıyla  $\pm 0.052, 0.056, 0.105, 0.057, 0.009, - 0.010, 0.004, 0.002, -, -, -, -, -$  ve  $-$  mg/L olarak bulundu.

Sonuç olarak; bu çalışmada Gümüşhane Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü Abdullah Atakan ÖZTÜRKMENOĞLU laboratuvarında bulunan Mikrodalga Plazma–Atomik Emisyon Spektrometre (MP–AES) (AGILENT 4200 cihazı) cihazında tüm gıdaları temsilen un, balık, meyve suyu, lahana matriksleri kullanılarak sodyum (Na), potasyum (K), kalsiyum (Ca), magnezyum (Mg), demir (Fe), alüminyum (Al), bakır (Cu), mangan (Mn), çinko (Zn), nikel (Ni), kurşun (Pb), kadmiyum (Cd), krom(Cr), ve kobalt (Co) metalleri için metot validasyonu çalışmaları ve ölçüm belirsizliği hesaplamaları yapılmış olup kullanılan bu metot geçerli kılınmış ve cihazdan elde edilen verilerin doğru ve güvenilir bir şekilde yorumlanmasını sağlanmıştır.

## 5. KAYNAKLAR

- Abanoz, F.G., 2010. Orta Karadeniz’de Avlanan Hamsi Ve Mezgit Balığında Ağır Metal Tayini, Yüksek Lisans Tezi, OnDokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Samsun, 64s.
- Akalın, S., 2018. Farklı İçeriğe Sahip Konserve Balıkların Ağır Metal Düzeylerinin Değerlendirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 124s.
- Aksan, S., 2013. Kocaeli İlinde Satışı Yapılan Deniz Ürünlerinde Ağır Metal Konsantrasyonlarının Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli, 73s.
- Aksoy, M., 2011. Beslenme Biyokimyası, Hatiboğlu Yayınevi, Ankara, 465-565s.
- Aktaş, S., 2019. Gümüş Endüstrisi Cevher Ve Atıklarında Bazı Elementlerin Icp-Oes İle Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya, 94s.
- Akyol, E., 2018. Bazı Sebze ve Baharatlarda Ağır Metal Düzeyleri , Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli, 91s.
- Alhas, E., 2007. Atatürk Baraj Gölü’nde Yaşayan Barbus Türlerindeki Ağır Metal Birikiminin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Harran Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Şanlıurfa, 50s.
- Altındağ, H., 2002. Adapazarı ve Tozlarında Ağır Metallerin Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometrik Teknikle Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 59s.
- Asi, T., 1996. Tablolara Biyokimya, Nobel Tıp Kitapevleri Ltd Şti, Cilt no 1, İstanbul, 37-65s.
- Atabey, E., 2010. MTA Genel Müdürlüğü Türkiye’de İnsan Kaynaklı (Antropojenik) Unsurlar ve Çevresel Etkileri, Yer Bilimleri ve Kültür Serisi, 7, Ankara, 137s.
- Baysal, A., 2007. Beslenme, Hatiboğlu Basım ve Yayımlar San Tic Ltd Şti, Ankara, 111-154s.
- Bedir, N., 2010. Açık Ve Paket Çaylarda Bulunan Ağır Metallerin ICP-OES İle Analizleri, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 68s.
- Bengü, A. Ş. (2014). Piyasadan Temin Edilen Meyve Suları ve Soğuk Çaylarda C vitamini, Fe, Zn, Na ve K Minerallerinin Düzeylerinin Tespiti. Türk Doğa ve Fen Dergisi, 3(1), 39-42s.
- Bilgin, N., 2017. Glukoz İnsülin ve Homa IR Parametresinin Ölçüm Belirsizliğinin Hesaplanması ve İnsülin Direnci Tanısına Etkisi, Uzmanlık Tezi, Sağlık Bakanlığı İstanbul Beyoğlu Bölgesi Kamu Hastaneler Birliği Sağlık Bilimleri Üniversitesi Şişli Hamidiye Etfal Eğitim ve Araştırma Hastanesi Tıbbi Biyokimya Bölümü, İstanbul, 73s.

- Bozduman, F., 2012. Atmosferik Basınç Mikrodalga Plazmasının Karakteristiği, Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 76s.
- Çalışkan, C., 2016. Askorbik Asit Miktar ve Doz Tekdüzeliliği İçin Metot Geliştirilmesi ve Validasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 63s.
- Dağ, B., 2010. Van Yöresindeki Bazı Kaynak Ve Maden Sularındaki Ağır Metal Düzeylerinin Aktif Karbonun Zenginleştirme Yöntemi Kullanılarak AAS ve ICP-MS İle Tayini Ve Florür Seviyesinin Araştırılması, Doktora Tezi, Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Van, 124s.
- Daş, Ö, B., 2013. Icp-Oes Kullanılarak Bitkilerdeki Makro Ve Mikro Elementlerin Birlikte Tayininde Çok Değişkenli Kalibrasyon Tekniklerinin Uygulanması, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 76s.
- Demirci, M., 2006, Gıda Kimyası, Kelebek Matbaacılık San Tic Ltd Şti, Tekirdağ, 105-117s.
- Duran, C., Senturk, H.B., Gundogdu, A., Bulut, V.N., Elci, L., Soylak, M., Tufekci, M. ve Uygur, Y., 2007. "Determination of some trace metals in environmental samples by flame AAS following solid phase extraction with Amberlite XAD-2000 resin after complexing with 8-Hydroxyquinoline", Chinese Journal of Chemistry, 25(2), 196-202s.
- Erken,D., 2019. Gıdalarda Erüsik Asidin Eş Zamanlı Gc-Ms/Fıd Tayini İçin Metot Geliştirme ve Validasyon Çalışmaları, Yüksek Lisans Tezi, Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gümüşhane, 224s.
- Ertaş, Ö., 1997. Bazı Enstrümanlardaki (AAAS'ye Yönelik) Analitik Validasyon Parametrelerinin Ortaya Konması, Doktora Tezi, Ege Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 149s.
- Gençoğlu, M., 2017. Gıdalarda Ağır Metal Kontaminasyonu ve İnsan Sağlığında Oluşturduğu Risk, Yüksek Lisans Tezi, Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 103s.
- Gıda ve Kontrol Genel Müdürlüğü, 2018. Kimyasal ve Fiziksel Analizlerde Metot Validasyonu/Verifikasyonu Rehberi, Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı Yayınları.  
[https://www.tarimorman.gov.tr/GKGM/Belgeler/DB\\_Gida\\_Kont/Kimyasal\\_Fiziksel\\_Val\\_Ver\\_Rehberi.pdf](https://www.tarimorman.gov.tr/GKGM/Belgeler/DB_Gida_Kont/Kimyasal_Fiziksel_Val_Ver_Rehberi.pdf). Erişim tarihi: 19.10.2020.
- Gündoğdu, A., 2005. Doğu Karadeniz Bölgesinde Yetişen Karalahanalarda (Brassica oleracea var. acephala) Bazı Element Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 183s.
- Gündoğdu, A., Şentürk, H.B., Soylak, M., Baltacı, C. ve Yılmaz, F., 2013. "Mikrodalga Plazma – Atomik Emisyon Spektrometri (MP–AES) ile Gıda Numunelerinde Mineral–Eser Element ve Ağır Metal Tayinleri", XIII. Ulusal Spektroskopi Kongresi, Bildiri Özetleri Kitapçığı, P-73, s:100, Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, 15-18 Mayıs 2013, Burdur.

- Gundogdu, A., Bulut, V.N., Duran, C., Bekircan, O. ve Soylak, M. 2018. Separation and Pre-concentration of Trace Heavy Metals from Environmental Matrices by a Novel Carrier Element-Free Coprecipitation (CEFC) Method Using a Thiosemicarbazide Derivative Ligand Prior to Their Microwave Plasma-Atomic Emission Spectrometric (MP-AES) Determinations, 1st Eurasia Environmental Chemistry Congress, Proceedings Book PP-93, 01-04 November 2018, Side-Antalya/Turkey.
- Güner, A. İ., 2019. Sağlık Laboratuvarlarında Standartlaşma, Sertifikasyon ve Akreditasyon Süreci, Kalibrasyon ve Kalite, Yüksek Lisans Tezi, T,C, Ufuk Üniversitesi Sosyal Bilimler Enstitüsü, Ankara, 96s.
- Hepsağ, F., 2018. Gıda Laboratuvarlarında Kullanılan Yöntemlerin Laboratuvar Akreditasyonu, Adıyaman Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 9, 211–218s.
- İnal, B. B. ve Topkaya, Ç., 2010. Klinik biyokimya laboratuvarlarında akreditasyona geçiş, İstanbul Tıp Dergisi, 2010-2, 74-76s.
- İvakli, Ş., 2008. Kars İl Merkezi'ndeki Marketlerden Alınan Bazı Gıda Maddelerinde (Balık, Konserve Balık, Tavuk Eti) Çeşitli Ağır Metallerin Birikim Düzeylerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Kafkas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kars, 43s.
- Kafalı, H., 2008. Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi (Hplc) Kolon Sonrası Türevlendirme İle 7 Adet Sulfonamid Tespitinin Metot Validasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 122s.
- Karalomlu, Ö., 2014. Bazı Peynir ve Yoğurt Ürünlerinde Bulunan Natamisin Miktar Tayini ve Analitik Metot Validasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 118s.
- Kızıllı, Ç., 2016. Gıdalarda Bulunabilecek Bazı Pestisitlerin Bozunma Ürünlerinin Belirlenmesi İçin Metot Geliştirilmesi ve Metot Validasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Antalya, 71s.
- Korus, A., 2021. Effect Of Pre-Treatment And Drying Methods On The Content Of Minerals, B-Group Vitamins And Tocopherols In Kale (Brassica oleracea L. var. acephala) leaves, Journal Of Food Science and Technolgy, <https://doi.org/10.1007/s13197-021-05012-9>.
- Kütükçü, A., 2018. Acil Biyokimya Laboratuvarında Otoanalizörde Çalışan Testlerin Ölçüm Belirsizliği ve Referans Değişim Değerlerinin Hesaplanması, Tıpta Uzmanlık Tezi, Sağlık Bilimleri Üniversitesi Haydarpaşa Numune Sağlık Uygulama ve Araştırma Merkezi, İstanbul, 94s.
- Mülazımoğlu, D. A., 2005. Suda Bulunan Bazı Ağır Metallerin Kompleksleştirici Ligand Doplu İyon Değiştirici Reçine İle Önderiştirme Yapıldıktan sonra ICP-AES İle Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 96s.

- Olpak, H.Y., 2012. Soya Ununda Aflatoksin Tayini Metot Validasyonu ve Ölçüm Belirsizliği Saptanması, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 119s.
- Onat, T., Emerk, K, ve Sönmez, E,Y., 2002. İnsan Biyokimyası, Palme Yayıncılık, Ankara, 525-538s.
- Ozbek, N., 2018. Elemental analysis of henna samples by MP AES, Journal Of The Turkish Chemical Society Chemistry (JOTCSA), 5(2), 857–866s.
- Ozbek, N., Akman, S., 2015. Determination of boron in Turkish wines by microwave plasma atomic emission spectrometry, LWT - Food Science and Technology, 61, 532–535s.
- Ozbek, N. ve Akman, S., 2016. Method development for the determination of calcium, copper, magnesium, manganese, iron, potassium, phosphorus and zinc in different types of breads by microwave induced plasma-atomic emission spectrometry, Food Chemistry, 200, 245–248s.
- Ozbek, N. ve Akman, S., 2016. Microwave plasma atomic emission spectrometric determination of Ca, K and Mg in various cheese varieties, Food Chemistry, 192, 295–298s.
- Ozbek, N. ve Özcan, M., 2017. Elemental Analysis Of Tarhana By Microwave Induced Plasma Atomic Emission Spectrometry, Analytical Letters, 13, 2139–2146s.
- Ozbek, N., Tinas, H. ve Ateşpare, A,E., 2019. A procedure for the determination of trace metals in rice varieties using microwave induced plasma atomic emission spectrometry, Microchemical Journal, 144, 474–478s.
- Ozbek, N. 2018. Elemental analysis of henna samples by MP AES, Journal of the Turkish Chemical Society, Section A: Chemistry 5(2), pp. 857-868s.
- Ozkan, A. ve Uygur, V. 2019. Determination of heavy metal concentrations in agricultural lands of Amik plain with MP-AES, Fresenius Environmental Bulletin 28(1), pp. 416-425s.
- Örnek, V., 2013. Sürmene Koyu Yüzey Sedimentlerinde Ağır Metal Birikimlerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon, 73s.
- Özdemir, G. (2018) Meyve Sularında Eser Element Konsantrasyonlarının Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne, 116s.
- Perçin, A., 2014. Gıdaların Kimyasal Analizlerinde Metot Validasyonu Verikasyonu ve Ölçüm Belirsizliği Hesaplamaları, Yüksek Lisans Tezi, Abant İzzet Baysal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Bolu, 167s.
- Ripp J., 1996. Analytical Detection Limit Guidance and Laboratory Guide for Determining Method Detection Limits, Wisconsin Department of Natural Resources Laboratory Certification Program, PUBL-TS-056-96, 67s.

- Rodríguez-Solana, R., Carlier, J.D., Costa, M.C. ve Romano, A. 2018. Multi-element characterisation of carob, fig and almond liqueurs by MP-AES, Journal of the Institute of Brewing 124(3), pp. 300-309s.
- Sağlam, E., 2018. Çatak Çay'ında Yetişen Kırmızı Benekli Alabalık ile Tesislerde Yetiştirilen Bazı Alabalık Türlerinin Eser Element ve Ağır Metal Düzeylerinin Karşılaştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Van, 84s.
- Şahin, İ., 2001. Volimetri İle ICP-AES Yöntemiyle Şalgam Suyunda Ağır Metal Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Balıkesir, 73s.
- Sajtos, Z., Herman, P., Harangi, S. ve Baranyai, E. 2019. Elemental analysis of Hungarian honey samples and bee products by MP-AES method, Microchemical Journal 149,103968.
- Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J. ve Crouch, S.R. 2004. "Analitik Kimyanın Temelleri", Çeviri Ed.: Kılıç, E. ve Yılmaz, H., 8. Baskı, Bilim Yayıncılık, Ankara, 159-723s.
- Şişli, M.N., 1999. "Çevre Bilim Ekoloji", Hacettepe Üniversitesi,, Fen Fak., Biyoloji Böl., Gazi Kitabevi, 2,Baskı, Ankara, 259-609s.
- Taylor, C.,(2020,11 Mart). Agilent Technologies Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (MP-AES) Application E-Handbook, [http://www.agilent.com/cs/library/applications/5991-7282EN\\_MP-AES-eBook.Pdf](http://www.agilent.com/cs/library/applications/5991-7282EN_MP-AES-eBook.Pdf), 163s.
- T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı. Türk Gıda Kodeksi Bulaşanlar Yönetmeliği. Resmi Gazete: 29.12.2011 - 28157.
- Tekin, E., 2019. Diyarbakır Aktarlarında Satılan Bazı Tıbbi Bitkilerindeki As Cd Hg ve Pb Elementlerinin ICP-MS ile Tayini , Yüksek Lisans Tezi, Dicle Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Diyarbakır, 75s.
- Tezcan, N., 2009. Trakya Bölgesinde Üretimi Yapılan Buğday ve Arpanın Ağır Metal Bulaşanlarının Tespiti, Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ, 65s.
- TGK 2017/7., 2017. Türk Gıda Kodeksi Gıdalardaki Eser Element ve Bulaşan Seviyelerinin Resmi Kontrolü Tebliği, Tebliğ.
- Thavarajah, D., Thavarajah, P., Abare, A., Basnagala, S., LAcher, C., Smith,P. ve Combs JR, G. F., 2016. Mineral Micronutrient And Prebiotic Carbohydrate Profiles Of USA-Grown Kale (Brassica oleracea L. var. acephala), Journal Of Food Composition and Analysis, 52, 9-15s.
- Tüfekci, H. B. ve Fenercioğlu, H. (2010). Türkiye'de Üretilen Bazı Ticari Meyve Sularının Kimyasal Özellikler Açısından Gıda Mevzuatına Uygunluğu. Akademik Gıda, 8(2), 11-17s.
- TÜRKAK., 2017. Uygunluk Değerlendirme Kuruluşlarının Akreditasyonu Hakkında Yönetmelik, Resmi Gazete No, 30229.

- URL-1, [www.turklab.org/tr/TURKLAB\\_Rehber\\_01\\_Rev.2.pdf](http://www.turklab.org/tr/TURKLAB_Rehber_01_Rev.2.pdf), 05,01,2020.
- URL-2, [www.tarimorman.gov.tr/GKGM/Belgeler/DB\\_Gida\\_Kont/Kimyasal\\_Fiziksel\\_Val\\_Ver\\_Rehberi.pdf](http://www.tarimorman.gov.tr/GKGM/Belgeler/DB_Gida_Kont/Kimyasal_Fiziksel_Val_Ver_Rehberi.pdf), 05,01,2020.
- URL-3, [www.tarimorman.gov.tr/GKGM/Belgeler/DB\\_Gida\\_Kont/Kimyasal\\_Fiziksel\\_OB\\_Rehberi.pdf](http://www.tarimorman.gov.tr/GKGM/Belgeler/DB_Gida_Kont/Kimyasal_Fiziksel_OB_Rehberi.pdf), 05,01,2020.
- URL-4, [www.gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans/Menu/76/Pestisit](http://www.gidalab.tarimorman.gov.tr/gidareferans/Menu/76/Pestisit), 05,01,2020,
- URL-5, <http://www.turkomp.gov.tr/main>, Ulusal Gıda Kompozisyon Veri Tabanı (Türkomp), 20.01.2021.
- Varol, M., 2019. Muğla İl Pazarında Satılan Meyvelerden Elde Edilen Meyve Suyu İçindeki Bazı Eser Elementlerin Atomik Absorpsiyon spektroskopisi (AAS) ile Analizi, Yüksek Lisans Tezi, Muğla Sıtkı Kocaman Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Muğla, 67s.
- Vidovic, M., Sadibasic, A., Cubic, S. ve Lausevic, M., 2005. Cdandzn İn Atmospheric Deposit, Soil, Wheatandmilk, Environmentalresearch, 97, 26s.
- Yerli, S., 2018. Silodosin Etkin Maddesinin Farklı Ortamlarda Miktar Tayini İçin Yeni Analitik Yöntemlerin Geliştirilmesi ve Validasyonlarının Yapılması, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Erzurum, 97s.
- Yıldırım, O., 2017. Ülkemizde Geleneksel Tedavilerde Yaygın Olarak Kullanılan Bazı Tıbbi Bitkilerin Tohumlarında Ağır Metal ve Mineral Besin Element Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 249s.
- Yıldız, S., 2004. Konya Ana Tahliye Kanalında Ağır Metal Kirliliğinin ICP-AES Tekniği İle İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 65s.
- Yılmaz, S., 2014. Hatay Bölgesinde Tüketilen Kahve Örneklerinin Mineral İçeriklerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Mustafa Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Hatay, 92s.
- Yoshida, Y., 2013. Analysis of aluminum in beverages using the Agilent 4100 Microwave Plasma-Atomic Emission Spectrometer (MP-AES) Application note. Agilent Technology Application note, Food Testing. <https://www.semanticscholar.org/paper/Analysis-of-aluminum-in-beverages-using-the-Agilent-Yoshida/be90b0df962a264e66ad90ee9c3fa86ccb99bd99>. 07.03.2021.
- Yörük, O., 2008. Ergene Havzasında Yetiştirilen Ayçiçek Bitkisinde (Helianthus annuus L) Bazı Eser Element İçeriklerinin ICP-OES ile Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne, 67s.

## 6. EKLER

Ek Tablo 1. t Dağılım Tablosu

t Dağılım Tablosu $\alpha$												
TEK YÖNLÜ (BİR YANLI) TEST İÇİN												
	0.25	0.20	0.15	0.10	0.050	0.025	0.02	0.01	0.005	0.0025	0.001	0.0005
İKİ YÖNLÜ (İKİ YANLI) TEST İÇİN $\alpha$												
	0.50	0.40	0.30	0.20	0.10	0.05	0.04	0.02	0.01	0.005	0.002	0.001
sd												
1	1000	1.376	1.963	3.078	6.314	12.710	15.890	31.820	63.660	127.300	318.300	636.600
2	0.816	1.061	1.386	1.886	2.920	4.303	4.849	6.965	9.925	14.090	22.330	31.600
3	0.765	0.978	1.250	1.638	2.353	3.182	3.482	4.541	5.841	7.453	10.210	12.920
4	0.741	0.941	1.190	1.533	2.132	2.776	2.999	3.747	4.604	5.598	7.173	8.610
5	0.727	0.820	1.156	1.476	2.015	2.571	2.757	3.365	4.032	4.773	5.893	6.869
6	0.718	0.906	1.134	1.440	1.943	2.447	2.612	3.143	3.707	4.317	5.206	5.959
7	0.711	0.896	1.119	1.415	1.895	2.365	2.517	2.998	3.499	4.029	4.785	5.408
8	0.706	0.889	1.108	1.397	1.860	2.306	2.449	2.896	3.355	3.833	4.501	5.041
9	0.703	0.883	1.100	1.383	1.833	2.262	2.398	2.821	3.250	3.690	4.297	4.781
10	0.700	0.879	1.093	1.372	1.812	2.228	2.359	2.764	3.169	3.581	4.144	4.587
11	0,697	0,876	1,088	1,363	1,796	2,201	2,328	2,718	3,106	3,497	4,025	4,437
12	0,695	0,873	1,083	1,356	1,782	2,179	2,303	2,681	3,055	3,426	3,930	4,318
13	0,694	0,870	1,079	1,350	1,771	2,160	2,282	2,650	3,012	3,372	3,852	4,221
14	0,692	0,868	1,076	1,345	1,761	2,145	2,264	2,624	2,977	3,326	3,787	4,140
15	0,691	0,866	1,074	1,341	1,753	2,131	2,249	2,602	2,947	3,286	3,733	4,073
16	0,690	0,865	1,071	1,337	1,746	2,120	2,235	2,583	2,921	3,852	3,686	4,015
17	0,689	0,863	1,069	1,333	1,740	2,110	2,224	2,567	2,898	3,222	3,646	4,365
18	0,688	0,862	1,067	1,330	1,734	2,101	2,214	2,552	2,878	3,197	3,611	3,922
19	0,688	0,861	1,066	1,328	1,729	2,093	2,205	2,539	2,861	3,174	3,579	3,883
20	0,687	0,860	1,064	1,325	1,725	2,086	2,197	2,528	2,845	3,153	3,552	3,850

Ek Tablo 1. t Dağılım Tablosu'nun Devamı

TEK YÖNLÜ (BİR YANLI) TEST İÇİN												
	0.25	0.20	0.15	0.10	0.050	0.025	0.02	0.01	0.005	0.0025	0.001	0.0005
İKİ YÖNLÜ (İKİ YANLI) TEST İÇİN $\alpha$												
	0.50	0.40	0.30	0.20	0.10	0.05	0.04	0.02	0.01	0.005	0.002	0.001
sd												
21	0.663	0.859	1.063	1.323	1.721	2.080	2.189	2.518	2.831	3.135	3.527	3.819
22	0.686	0.858	1.061	1.321	1.717	2.074	2.183	2.508	2.819	3.119	3.505	3.792
23	0.685	0.858	1.060	1.319	1.714	2.069	2.177	2.500	2.807	3.104	3.485	3.768
24	0.685	0.857	1.059	1.318	1.711	2.064	2.172	2.492	2.797	3.091	3.467	3.745
25	0.684	0.856	1.058	1.316	1.708	2.060	2.167	2.485	2.787	3.078	3.450	3.725
26	0.684	0.856	1.058	1.315	1.706	2.056	2.162	2.479	2.779	3.067	3.435	3.707
27	0.684	0.855	1.057	1.314	1.703	2.052	2.150	2.473	2.771	3.057	3.421	3.690
28	0.683	0.855	1.056	1.313	1.701	2.048	2.154	2.467	2.763	3.047	3.408	3.614
29	0.683	0.854	1.055	1.311	1.699	2.045	2.150	2.462	2.756	3.038	3.396	3.659
30	0.683	0.854	1.055	1.310	1.697	2.042	2.147	2.457	2.750	3.030	3.385	3.646
40	0.631	0.851	1.050	1.303	1.684	2.021	2.123	2.423	0.704	2.971	3.307	3.551
50	0.679	0.849	1.047	1.295	1.676	2.009	2.109	2.403	2.678	2.937	3.261	3.496
60	0.679	0.848	1.045	1.296	1.671	2.000	2.099	2.390	2.660	2.915	3.232	3.460
80	0.678	0.846	1.043	1.292	1.664	1.990	2.088	2.374	2.639	2.887	3.195	3.416
100	0.677	0.845	1.042	1.290	1.660	1.984	2.081	2.364	2.626	2.871	3.174	3.390
100	0.675	0.842	1.037	1.282	1.646	1.962	2.056	2.330	2.581	2.813	3.098	3.300
$\infty$	0.674	0.841	1.036	1.282	1.640	1.960	2.054	2.326	2.576	2.807	3.091	3.291

Ek Tablo 2. Lahana Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verileri

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
Na	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	1.225	1.255
	2	1.233	1.221
	3	1.186	1.221
	4	1.177	1.222
	5	1.211	1.234
	6	1.236	1.204
Ortalama		1.211	1.226
Standart sapma		0.025	0.017
% RSD <sub>r</sub>		2.051	1.391
%HRSD <sub>r</sub>		2.565	2.560
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.0994	0.068
max-min		0.06	0.051
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		21.027	9.676
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)			0.060
max-min			0.015
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)			uygun
Genel Ortalama %			1.219
Birleşik Standart Sapma			0.021
% RSD <sub>r</sub> pool(genel)			1.752
%HRSD <sub>r</sub>			2.563
Horrat			0.684
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>			uygun

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
K	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	3.362	3.257
	2	3.356	3.242
	3	3.241	3.312
	4	3.289	3.352
	5	3.326	3.362
	6	3.351	3.402
Ortalama		3.321	3.321
Standart sapma		0.047	0.063
% RSD <sub>r</sub>		1.430	1.890
%HRSD <sub>r</sub>		2.204	2.204
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.190	0.251
max-min		0.121	0.160
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		10.2215	17.8635
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)			0.156
max-min			0.000
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)			uygun
Genel Ortalama %			3.321
Birleşik Standart Sapma			0.056
% RSD <sub>r</sub> pool(genel)			1.676
%HRSD <sub>r</sub>			2.204
Horrat			0.760
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>			uygun

Ek Tablo 2. Lahana Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devamı

Eklenen (mg/L)		0.00		Eklenen (mg/L)		0.50	
<b>Fe</b>	n	1. Analizci	2. Analizci	<b>Zn</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	1.019	1.021		1	0.695	0.665
	2	1.029	1.064		2	0.690	0.671
	3	1.043	1.021		3	0.684	0.661
	4	1.065	1.019		4	0.680	0.684
	5	1.026	1.023		5	0.681	0.680
	6	1.056	1.054		6	0.683	0.691
Ortalama		1.040	1.034	Ortalama		0.686	0.676
Standart sapma		0.018	0.020	Standart sapma		0.006	0.012
% RSD <sub>r</sub>		1.762	1.937	% RSD <sub>r</sub>		0.853	1.741
%HRSD <sub>r</sub>		2.625	2.627	%HRSD <sub>r</sub>		2.794	2.801
n-1		5	5	n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun	Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.073	0.080	Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.023	0.047
max-min		0.047	0.045	max-min		0.015	0.031
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun	Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		15.518	18.759	(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		3.635	15.153
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)			0.054	Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)			0.026
max-min			0.006	max-min			0.010
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)			uygun	Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)			uygun
Genel Ortalama %			1.037	Genel Ortalama %			0.681
Birleşik Standart Sapma			0.019	Birleşik Standart Sapma			0.009
% RSD <sub>r,pool</sub> (genel)			1.851	% RSD <sub>r,pool</sub> (genel)			1.371
%HRSD <sub>r</sub>			2.626	%HRSD <sub>r</sub>			2.797
Horrat			0.705	Horrat			0.490
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>			uygun	Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>			uygun

Ek Tablo 2. Lahana Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devamı

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
Cu	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.120	0.124
	2	0.119	0.126
	3	0.124	0.123
	4	0.121	0.122
	5	0.119	0.120
	6	0.122	0.125
<b>Ortalama</b>		0.121	0.123
<b>Standart sapma</b>		0.002	0.002
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1.606	1.752
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		3.629	3.618
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0.008	0.009
<b>max-min</b>		0.005	0.006
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		12.899	15.340
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)</b>			0.006
<b>max-min</b>			0.003
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			<b>uygun</b>
<b>Genel Ortalama %</b>			0.122
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0.002
<b>% RSD<sub>r,pool</sub>(genel)</b>			1.680
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			3.623
<b>Horrat</b>			0.
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			<b>uygun</b>

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50	
Al	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.695	0.687
	2	0.692	0.681
	3	0.690	0.671
	4	0.685	0.678
	5	0.681	0.690
	6	0.670	0.685
<b>Ortalama</b>		0.686	0.682
<b>Standart sapma</b>		0.009	0.007
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1.362	0.964
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2.794	2.797
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0.037	0.026
<b>max-min</b>		0.026	0.018
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		9.270	4.648
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)</b>			0.023
<b>max-min</b>			0.004
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			<b>uygun</b>
<b>Genel Ortalama %</b>			0.684
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0.008
<b>% RSD<sub>r,pool</sub>(genel)</b>			1.180
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2.795
<b>Horrat</b>			
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			<b>uygun</b>

Ek Tablo 2. Lahana Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devamı

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
<b>Mn</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.574	0.586
	2	0.559	0.589
	3	0.581	0.591
	4	0.566	0.576
	5	0.581	0.575
	6	0.568	0.568
Ortalama		0.571	0.581
Standart sapma		0.009	0.009
% RSD <sub>r</sub>		1.533	1.586
%HRSD <sub>r</sub>		2.872	2.865
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.035	0.037
max-min		0.022	0.023
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		11.749	12.583
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.025	
max-min		0.009	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.576	
Birleşik Standart Sapma		0.009	
% RSD <sub>r,pool</sub> (genel)		1.560	
%HRSD <sub>r</sub>		2.868	
Horrrat		0.544	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50	
<b>Cd</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.498	0.503
	2	0.506	0.499
	3	0.503	0.496
	4	0.503	0.491
	5	0.495	0.491
	6	0.492	0.485
Ortalama		0.500	0.494
Standart sapma		0.005	0.006
% RSD <sub>r</sub>		1.074	1.261
%HRSD <sub>r</sub>		2.931	2.936
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.021	0.025
max-min		0.014	0.017
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		5.764	7.952
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.016	
max-min		0.006	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.497	
Birleşik Standart Sapma		0.006	
% RSD <sub>r,pool</sub> (genel)		1.171	
%HRSD <sub>r</sub>		2.933	
Horrrat		0.399	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

Ek Tablo 2. Lahana Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0.50		
Co	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.502	0.495
	2	0.495	0.499
	3	0.491	0.502
	4	0.495	0.500
	5	0.490	0.506
	6	0.488	0.490
<b>Ortalama</b>		0,494	0,499
<b>Standart sapma</b>		0,005	0,006
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1,048	1,156
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,936	2,932
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,021	0,023
<b>max-min</b>		0,015	0,017
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		5,494	6,679
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,015
<b>max-min</b>			0,005
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0,496
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,005
<b>% RSD<sub>r,pool</sub>(genel)</b>			1,103
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,934
<b>Horrat</b>			0,376
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0.50		
Ni	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.506	0.499
	2	0.505	0.500
	3	0.501	0.500
	4	0.500	0.501
	5	0.500	0.506
	6	0.501	0.499
<b>Ortalama</b>		0,502	0,501
<b>Standart sapma</b>		0,003	0,003
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		0,523	0,566
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,928	2,930
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,011	0,011
<b>max-min</b>		0,006	0,008
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		1,370	1,601
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,008
<b>max-min</b>			0,002
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0,502
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,003
<b>% RSD<sub>r,pool</sub>(genel)</b>			0,545
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,929
<b>Horrat</b>			0,186
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

Ek Tablo 2. Lahana Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0,50	
<b>Pb</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,533	0,542
	2	0,521	0,541
	3	0,536	0,537
	4	0,540	0,535
	5	0,545	0,530
	6	0,543	0,525
Ortalama		0,536	0,535
Standart sapma		0,009	0,006
% RSD <sub>r</sub>		1,627	1,202
%HRSD <sub>r</sub>		2,899	2,901
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0,035	0,026
max-min		0,024	0,017
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		13,233	7,222
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0,021	
max-min		0,001	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0,536	
Birleşik Standart Sapma		0,008	
% RSD <sub>r,pool</sub> (genel)		1,430	
%HRSD <sub>r</sub>		2,900	
Horrrat		0,493	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

LAHANA MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0,50	
<b>Cr</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,555	0,557
	2	0,556	0,558
	3	0,558	0,559
	4	0,553	0,548
	5	0,552	0,545
	6	0,551	0,553
Ortalama		0,554	0,553
Standart sapma		0,002	0,006
% RSD <sub>r</sub>		0,443	1,071
%HRSD <sub>r</sub>		2,885	2,886
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0,010	0,024
max-min		0,006	0,014
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		0,981	5,731
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0,013	
max-min		0,001	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0,554	
Birleşik Standart Sapma		0,005	
% RSD <sub>r,pool</sub> (genel)		0,819	
%HRSD <sub>r</sub>		2,886	
Horrrat		0,284	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

Ek Tablo 3. Un Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verileri

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklene (mg/L)	0,00		
Ca	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	2,382	2,410
	2	2,286	2,388
	3	2,366	2,421
	4	2,338	2,303
	5	2,366	2,326
	6	2,305	2,347
<b>Ortalama</b>		2,341	2,366
<b>Standart sapma</b>		0,038	0,048
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1,628	2,017
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,323	2,319
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,152	0,191
<b>max-min</b>		0,096	0,118
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		13,252	20,337
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,121
<b>max-min</b>			0,025
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			2,353
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,043
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			1,833
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,321
<b>Horrat</b>			0,790
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklene (mg/L)	0,00		
Mg	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	2,383	2,384
	2	2,355	2,426
	3	2,406	2,359
	4	2,449	2,335
	5	2,421	2,349
	6	2,318	2,303
<b>Ortalama</b>		2,389	2,359
<b>Standart sapma</b>		0,047	0,042
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1,977	1,793
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,316	2,320
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,189	0,169
<b>max-min</b>		0,131	0,123
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		19,534	16,066
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,125
<b>max-min</b>			0,029
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			2,374
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,045
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			1,887
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,318
<b>Horrat</b>			0,814
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

Ek Tablo 3. Un Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0,00		
<b>Fe</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,201	0,204
	2	0,206	0,211
	3	0,196	0,200
	4	0,203	0,206
	5	0,202	0,206
	6	0,198	0,208
<b>Ortalama</b>		0,201	0,206
<b>Standart sapma</b>		0,004	0,004
<b>% RSDr</b>		1,802	1,935
<b>%HRSDr</b>		3,361	3,349
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,014	0,016
<b>max-min</b>		0,010	0,012
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		16,240	18,714
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,011
<b>max-min</b>			0,005
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0,203
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,004
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			1,870
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			3,355
<b>Horrat</b>			0,557
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0,50		
<b>Zn</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,553	0,555
	2	0,551	0,561
	3	0,546	0,563
	4	0,555	0,560
	5	0,560	0,558
	6	0,561	0,555
<b>Ortalama</b>		0,555	0,559
<b>Standart sapma</b>		0,006	0,003
<b>% RSDr</b>		1,019	0,587
<b>%HRSDr</b>		2,885	2,882
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,023	0,013
<b>max-min</b>		0,015	0,008
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		5,196	1,724
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,013
<b>max-min</b>			0,004
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0,557
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,005
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			0,832
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,883
<b>Horrat</b>			0,288
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

Ek Tablo 3. Un Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK				UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0,50		Eklenen (mg/L)		0,50	
<b>Cu</b>	n	1. Analizci	2. Analizci	<b>Al</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,558	0,561		1	0,610	0,610
	2	0,557	0,560		2	0,613	0,609
	3	0,555	0,554		3	0,611	0,608
	4	0,554	0,552		4	0,610	0,608
	5	0,552	0,551		5	0,608	0,606
	6	0,550	0,562		6	0,606	0,610
<b>Ortalama</b>		0,555	0,557	<b>Ortalama</b>		0,610	0,608
<b>Standart sapma</b>		0,003	0,005	<b>Standart sapma</b>		0,003	0,001
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		0,534	0,868	<b>% RSD<sub>r</sub></b>		0,425	0,246
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,885	2,883	<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,844	2,845
<b>n-1</b>		5	5	<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>	<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,012	0,019	<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,010	0,006
<b>max-min</b>		0,008	0,011	<b>max-min</b>		0,007	0,004
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		1,428	3,768	<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		0,902	0,304
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,011	<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,006
<b>max-min</b>			0,002	<b>max-min</b>			0,001
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			<b>uygun</b>	<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			<b>uygun</b>
<b>Genel Ortalama %</b>			0,556	<b>Genel Ortalama %</b>			0,609
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,004	<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,002
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			0,721	<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			0,347
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,884	<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,845
<b>Horrat</b>			0,250	<b>Horrat</b>			0,122
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			<b>uygun</b>	<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			<b>uygun</b>

Ek Tablo 3. Un Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0,50		
<b>Mn</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,588	0,590
	2	0,579	0,591
	3	0,575	0,592
	4	0,594	0,593
	5	0,600	0,594
	6	0,598	0,591
<b>Ortalama</b>		0,589	0,592
<b>Standart sapma</b>		0,010	0,001
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1,743	0,251
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,859	2,857
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,041	0,006
<b>max-min</b>		0,025	0,004
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		15,192	0,316
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,021
<b>max-min</b>			0,003
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0,591
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,007
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			1,245
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,858
<b>Horrat</b>			0,436
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0,50		
<b>Cd</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,502	0,501
	2	0,498	0,502
	3	0,496	0,498
	4	0,500	0,498
	5	0,501	0,494
	6	0,500	0,496
<b>Ortalama</b>		0,500	0,498
<b>Standart sapma</b>		0,002	0,003
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		0,443	0,614
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,931	2,932
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,009	0,012
<b>max-min</b>		0,006	0,008
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		0,980	1,883
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,007
<b>max-min</b>			0,001
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0,499
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,003
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			0,535
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,931
<b>Horrat</b>			0,183
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

Ek Tablo 3. Un Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0,50		
Co	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,502	0,500
	2	0,500	0,499
	3	0,496	0,501
	4	0,492	0,502
	5	0,489	0,489
	6	0,478	0,492
<b>Ortalama</b>		0,493	0,497
<b>Standart sapma</b>		0,009	0,005
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1,789	1,052
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,937	2,933
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,035	0,021
<b>max-min</b>		0,024	0,013
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		16,006	5,534
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,020
<b>max-min</b>			0,004
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0,495
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,007
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			1,468
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,935
<b>Horrat</b>			0,500
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü(genel)</b>			uygun

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0,50		
Ni	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,500	0,495
	2	0,501	0,496
	3	0,497	0,491
	4	0,489	0,489
	5	0,484	0,491
	6	0,492	0,500
<b>Ortalama</b>		0,494	0,494
<b>Standart sapma</b>		0,007	0,004
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1,359	0,853
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,936	2,936
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,027	0,017
<b>max-min</b>		0,017	0,011
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		9,228	3,641
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,016
<b>max-min</b>			0,000
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0,494
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,006
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			1,134
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,936
<b>Horrat</b>			0,386
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü(genel)</b>			uygun

Ek Tablo 3. Un Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0,50		
<b>Pb</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,501	0,505
	2	0,503	0,506
	3	0,505	0,485
	4	0,508	0,492
	5	0,495	0,490
	6	0,488	0,502
<b>Ortalama</b>		0,500	0,497
<b>Standart sapma</b>		0,007	0,009
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1,460	1,787
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,930	2,933
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,029	0,036
<b>max-min</b>		0,020	0,021
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		10,658	15,966
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,023
<b>max-min</b>			0,003
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0,498
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,008
<b>% RSD<sub>r, pool(genel)</sub></b>			1,632
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,932
<b>Horrrat</b>			0,557
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

UN MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)	0,50		
<b>Cr</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,501	0,480
	2	0,500	0,488
	3	0,500	0,500
	4	0,492	0,501
	5	0,483	0,485
	6	0,496	0,490
<b>Ortalama</b>		0,495	0,491
<b>Standart sapma</b>		0,007	0,008
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1,435	1,698
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2,935	2,939
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0,028	0,033
<b>max-min</b>		0,019	0,021
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		uygun	uygun
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		10,295	14,414
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>			0,022
<b>max-min</b>			0,005
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			uygun
<b>Genel Ortalama %</b>			0,493
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0,008
<b>% RSD<sub>r, pool(genel)</sub></b>			1,572
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2,937
<b>Horrrat</b>			0,535
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			uygun

Ek Tablo 4. Balık matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verileri

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0,00	
Ca	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	4,280	4,098
	2	4,156	4,165
	3	4,361	4,221
	4	4,229	4,177
	5	4,321	4,202
	6	4,398	4,228
Ortalama		4,291	4,182
Standart sapma		0,089	0,048
% RSD <sub>r</sub>		2,070	1,142
%HRSD <sub>r</sub>		2,120	2,129
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0,355	0,191
max-min		0,242	0,130
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		21,421	6,524
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0,200	
max-min		0,109	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		4,236	
Birleşik Standart Sapma		0,071	
% RSD <sub>r</sub> pool(genel)		1,672	
%HRSD <sub>r</sub>		2,124	
Horrrat		0,787	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0,00	
Mg	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	1,392	1,379
	2	1,412	1,403
	3	1,373	1,365
	4	1,379	1,376
	5	1,418	1,333
	6	1,379	1,354
Ortalama		1,392	1,368
Standart sapma		0,019	0,024
% RSD <sub>r</sub>		1,349	1,748
%HRSD <sub>r</sub>		2,512	2,518
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0,075	0,096
max-min		0,045	0,070
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		9,104	15,284
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0,060	
max-min		0,024	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		1,380	
Birleşik Standart Sapma		0,022	
% RSD <sub>r</sub> pool(genel)		1,562	
%HRSD <sub>r</sub>		2,515	
Horrrat		0,621	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

Ek Tablo 4. Balık Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0,00	
Na	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,137	0,133
	2	0,131	0,133
	3	0,134	0,136
	4	0,131	0,131
	5	0,133	0,131
	6	0,133	0,131
Ortalama		0,133	0,132
Standart sapma		0,002	0,002
% RSD <sub>r</sub>		1,701	1,504
%HRSD <sub>r</sub>		3,577	3,580
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0,0091	0,008
max-min		0,01	0,005
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		14,462	11,314
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0,006	
max-min		0,001	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0,133	
Birleşik Standart Sapma		0,002	
% RSD <sub>rpool</sub> (genel)		1,606	
%HRSD <sub>r</sub>		3,578	
Horrrat		0,449	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0,00	
K	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	2,218	2,161
	2	2,195	2,166
	3	2,262	2,239
	4	2,211	2,261
	5	2,261	2,211
	6	2,294	2,178
Ortalama		2,240	2,203
Standart sapma		0,038	0,041
% RSD <sub>r</sub>		1,699	1,872
%HRSD <sub>r</sub>		2,338	2,344
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0,152	0,165
max-min		0,100	0,100
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		14,4389	17,5145
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0,111	
max-min		0,037	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		2,221	
Birleşik Standart Sapma		0,040	
% RSD <sub>rpool</sub> (genel)		1,788	
%HRSD <sub>r</sub>		2,341	
Horrrat		0,764	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

Ek Tablo 4. Balık Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0,50	
Cu	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,545	0,545
	2	0,548	0,542
	3	0,550	0,545
	4	0,551	0,551
	5	0,552	0,552
	6	0,548	0,555
Ortalama		0,549	0,549
Standart sapma		0,003	0,005
% RSD <sub>r</sub>		0,464	0,911
%HRSD <sub>r</sub>		2,889	2,890
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.010	0.020
max-min		0.007	0.013
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		1.078	4.149
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.011	
max-min		0.001	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.549	
Birleşik Standart Sapma		0.004	
% RSD <sub>r</sub> pool(genel)		0.723	
%HRSD <sub>r</sub>		2.890	
Horrrat		0.250	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0,50	
Al	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0,555	0,553
	2	0,552	0,554
	3	0,553	0,555
	4	0,553	0,552
	5	0,554	0,553
	6	0,555	0,550
Ortalama		0,554	0,553
Standart sapma		0,001	0,002
% RSD <sub>r</sub>		0,244	0,324
%HRSD <sub>r</sub>		2,886	2,886
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.005	0.007
max-min		0.003	0.005
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		0.298	0.525
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.004	
max-min		0.001	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.553	
Birleşik Standart Sapma		0.002	
% RSD <sub>r</sub> pool(genel)		0.287	
%HRSD <sub>r</sub>		2.886	
Horrrat		0.099	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

Ek Tablo 4. Balık Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50	
Mn	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.525	0.525
	2	0.527	0.528
	3	0.521	0.528
	4	0.520	0.525
	5	0.520	0.522
	6	0.518	0.521
Ortalama		0.522	0.525
Standart sapma		0.003	0.003
% RSD <sub>r</sub>		0.630	0.532
%HRSD <sub>r</sub>		2.912	2.909
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.013	0.011
max-min		0.008	0.007
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		1.985	1.415
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.009	
max-min		0.003	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.523	
Birleşik Standart Sapma		0.003	
% RSD <sub>rpool</sub> (genel)		0.583	
%HRSD <sub>r</sub>		2.910	
Horrrat		0.200	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50	
Cd	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.501	0.498
	2	0.495	0.499
	3	0.497	0.497
	4	0.499	0.500
	5	0.502	0.501
	6	0.500	0.501
Ortalama		0.499	0.499
Standart sapma		0.003	0.002
% RSD <sub>r</sub>		0.515	0.328
%HRSD <sub>r</sub>		2.931	2.931
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.010	0.007
max-min		0.007	0.004
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		1.325	0.537
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.006	
max-min		0.000	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.499	
Birleşik Standart Sapma		0.002	
% RSD <sub>rpool</sub> (genel)		0.431	
%HRSD <sub>r</sub>		2.931	
Horrrat		0.147	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

Ek Tablo 4. Balık Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

<b>BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK</b>			
<b>Eklenen (mg/L)</b>	<b>0.50</b>		
<b>Co</b>	<b>n</b>	<b>1. Analizci</b>	<b>2. Analizci</b>
	1	0.501	0.499
	2	0.495	0.500
	3	0.490	0.501
	4	0.497	0.499
	5	0.501	0.486
	6	0.500	0.492
<b>Ortalama</b>		0.498	0.496
<b>Standart sapma</b>		0.004	0.006
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		0.873	1.240
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2.933	2.934
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0.017	0.025
<b>max-min</b>		0.011	0.016
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		3.810	7.682
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)</b>			0.015
<b>max-min</b>			0.001
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			<b>uygun</b>
<b>Genel Ortalama %</b>			0.497
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0.005
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			1.072
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2.933
<b>Horrrat</b>			0.365
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			<b>uygun</b>

<b>BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK</b>			
<b>Eklenen (mg/L)</b>	<b>0.50</b>		
<b>Ni</b>	<b>n</b>	<b>1. Analizci</b>	<b>2. Analizci</b>
	1	0.528	0.528
	2	0.529	0.527
	3	0.530	0.528
	4	0.531	0.529
	5	0.532	0.530
	6	0.530	0.529
<b>Ortalama</b>		0.530	0.528
<b>Standart sapma</b>		0.001	0.001
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		0.253	0.190
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2.905	2.906
<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0.005	0.004
<b>max-min</b>		0.004	0.003
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		0.319	0.180
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)</b>			0.003
<b>max-min</b>			0.002
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			<b>uygun</b>
<b>Genel Ortalama %</b>			0.529
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0.001
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			0.223
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2.905
<b>Horrrat</b>			0.077
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü<sub>(genel)</sub></b>			<b>uygun</b>

Ek Tablo 4. Balık Matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK				BALIK MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50		Eklenen (mg/L)		0.50	
<b>Pb</b>	n	1. Analizci	2. Analizci	<b>Cr</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.575	0.576		1	0.496	0.491
	2	0.574	0.575		2	0.495	0.495
	3	0.574	0.573		3	0.491	0.496
	4	0.571	0.569		4	0.500	0.500
	5	0.573	0.565		5	0.492	0.499
	6	0.573	0.575		6	0.485	0.488
<b>Ortalama</b>		0.573	0.572	<b>Ortalama</b>		0.493	0.495
<b>Standart sapma</b>		0.001	0.004	<b>Standart sapma</b>		0.005	0.005
<b>% RSD<sub>r</sub></b>		0.246	0.738	<b>% RSD<sub>r</sub></b>		1.003	0.974
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2.870	2.872	<b>%HRSD<sub>r</sub></b>		2.936	2.935
<b>n-1</b>		5	5	<b>n-1</b>		5	5
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>	<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0.006	0.017	<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)</b>		0.020	0.019
<b>max-min</b>		0.004	0.010	<b>max-min</b>		0.015	0.013
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>	<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		<b>uygun</b>	<b>uygun</b>
<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		0.303	2.726	<b>(RSD<sup>2</sup>)*(n-1)</b>		5.028	4.744
<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)</b>			0.009	<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)</b>			0.014
<b>max-min</b>			0.001	<b>max-min</b>			0.002
<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			<b>uygun</b>	<b>Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)</b>			<b>uygun</b>
<b>Genel Ortalama %</b>			0.573	<b>Genel Ortalama %</b>			0.494
<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0.003	<b>Birleşik Standart Sapma</b>			0.005
<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			0.550	<b>% RSD<sub>r</sub>pool(genel)</b>			0.989
<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2.871	<b>%HRSD<sub>r</sub></b>			2.936
<b>Horrat</b>			0.192	<b>Horrat</b>			0.337
<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü(genel)</b>			<b>uygun</b>	<b>Tekrarlanabilirlik kontrolü(genel)</b>			<b>uygun</b>

Ek Tablo 5. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verileri

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
Ca	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	1.312	1.305
	2	1.267	1.278
	3	1.337	1.299
	4	1.304	1.302
	5	1.287	1.278
	6	1.295	1.329
Ortalama		1.300	1.298
Standart sapma		0.024	0.019
% RSD <sub>r</sub>		1.832	1.479
%HRSD <sub>r</sub>		2.538	2.538
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.095	0.077
max-min		0.070	0.051
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		16.784	10.938
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.061	
max-min		0.002	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		1.299	
Birleşik Standart Sapma		0.022	
% RSD <sub>r, pool</sub> (genel)		1.665	
%HRSD <sub>r</sub>		2.538	
Horrat		0.656	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
Mg	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	1.392	1.443
	2	1.425	1.403
	3	1.405	1.373
	4	1.371	1.378
	5	1.394	1.404
	6	1.390	1.394
Ortalama		1.396	1.399
Standart sapma		0.018	0.025
% RSD <sub>r</sub>		1.279	1.783
%HRSD <sub>r</sub>		2.511	2.510
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.071	0.100
max-min		0.054	0.070
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		8.175	15.895
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.061	
max-min		0.003	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		1.398	
Birleşik Standart Sapma		0.022	
% RSD <sub>r, pool</sub> (genel)		1.551	
%HRSD <sub>r</sub>		2.510	
Horrat		0.618	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

Ek Tablo 5. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
Na	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	2.620	2.660
	2	2.680	2.705
	3	2.583	2.613
	4	2.635	2.666
	5	2.555	2.583
	6	2.580	2.597
Ortalama		2.609	2.637
Standart sapma		0.045	0.047
% RSD <sub>r</sub>		1.740	1.789
%HRSD <sub>r</sub>		2.285	2.281
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.1815	0.189
max-min		0.13	0.122
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		15.130	15.996
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.130	
max-min		0.029	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		2.623	
Birleşik Standart Sapma		0.046	
% RSD <sub>r, pool</sub> (genel)		1.764	
%HRSD <sub>r</sub>		2.283	
Horrrat		0.773	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
K	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	1.458	1.416
	2	1.493	1.393
	3	1.445	1.464
	4	1.444	1.420
	5	1.465	1.426
	6	1.423	1.401
Ortalama		1.455	1.420
Standart sapma		0.024	0.025
% RSD <sub>r</sub>		1.635	1.751
%HRSD <sub>r</sub>		2.495	2.504
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.095	0.099
max-min		0.070	0.071
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		13.3702	15.3262
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.068	
max-min		0.035	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		1.437	
Birleşik Standart Sapma		0.024	
% RSD <sub>r, pool</sub> (genel)		1.694	
%HRSD <sub>r</sub>		2.500	
Horrrat		0.678	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

Ek Tablo 5. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50	
Fe	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.660	0.657
	2	0.666	0.654
	3	0.666	0.650
	4	0.654	0.655
	5	0.650	0.657
	6	0.671	0.661
Ortalama		0.661	0.656
Standart sapma		0.008	0.004
% RSD <sub>r</sub>		1.204	0.561
%HRSD <sub>r</sub>		2.810	2.813
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.032	0.015
max-min		0.021	0.011
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		7.246	1.574
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)			0.017
max-min			0.005
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)			uygun
Genel Ortalama %			0.659
Birleşik Standart Sapma			0.006
% RSD <sub>r, pool(genel)</sub>			0.939
%HRSD <sub>r</sub>			2.811
Horrrat			0.334
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>			uygun

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50	
Zn	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.500	0.493
	2	0.503	0.497
	3	0.501	0.498
	4	0.495	0.500
	5	0.499	0.501
	6	0.497	0.502
Ortalama		0.499	0.499
Standart sapma		0.003	0.003
% RSD <sub>r</sub>		0.574	0.700
%HRSD <sub>r</sub>		2.931	2.932
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.011	0.014
max-min		0.008	0.010
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		1.648	2.451
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)			0.009
max-min			0.001
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)			uygun
Genel Ortalama %			0.499
Birleşik Standart Sapma			0.003
% RSD <sub>r, pool(genel)</sub>			0.640
%HRSD <sub>r</sub>			2.931
Horrrat			0.218
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>			uygun

Ek Tablo 5. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50	
<b>Mn</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.521	0.521
	2	0.519	0.518
	3	0.518	0.519
	4	0.521	0.518
	5	0.525	0.518
	6	0.517	0.520
Ortalama		0.520	0.519
Standart sapma		0.003	0.001
% RSD <sub>r</sub>		0.545	0.252
%HRSD <sub>r</sub>		2.913	2.914
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.011	0.005
max-min		0.008	0.003
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		1.485	0.317
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.006	
max-min		0.001	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.520	
Birleşik Standart Sapma		0.002	
% RSD <sub>r, pool</sub> (genel)		0.424	
%HRSD <sub>r</sub>		2.913	
Horrrat		0.146	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50	
<b>Cd</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.495	0.496
	2	0.496	0.501
	3	0.494	0.502
	4	0.496	0.503
	5	0.500	0.499
	6	0.501	0.495
Ortalama		0.497	0.499
Standart sapma		0.003	0.003
% RSD <sub>r</sub>		0.569	0.656
%HRSD <sub>r</sub>		2.933	2.931
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.011	0.013
max-min		0.007	0.008
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		1.620	2.153
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.009	
max-min		0.002	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.498	
Birleşik Standart Sapma		0.003	
% RSD <sub>r, pool</sub> (genel)		0.614	
%HRSD <sub>r</sub>		2.932	
Horrrat		0.210	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

Ek Tablo 5. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50	
Co	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.492	0.499
	2	0.494	0.501
	3	0.495	0.502
	4	0.499	0.503
	5	0.500	0.504
	6	0.503	0.498
Ortalama		0.497	0.501
Standart sapma		0.004	0.002
% RSD <sub>r</sub>		0.841	0.491
%HRSD <sub>r</sub>		2.933	2.929
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.017	0.010
max-min		0.011	0.006
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		3.536	1.203
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.010	
max-min		0.004	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.499	
Birleşik Standart Sapma		0.003	
% RSD <sub>r, pool(genel)</sub>		0.688	
%HRSD <sub>r</sub>		2.931	
Horrrat		0.235	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
Ni	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.530	0.529
	2	0.535	0.529
	3	0.536	0.528
	4	0.538	0.527
	5	0.531	0.527
	6	0.529	0.528
Ortalama		0.533	0.528
Standart sapma		0.004	0.001
% RSD <sub>r</sub>		0.690	0.197
%HRSD <sub>r</sub>		2.902	2.906
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.015	0.004
max-min		0.009	0.002
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		2.380	0.193
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.008	
max-min		0.005	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.531	
Birleşik Standart Sapma		0.003	
% RSD <sub>r, pool(genel)</sub>		0.507	
%HRSD <sub>r</sub>		2.904	
Horrrat		0.175	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

Ek Tablo 5. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin tekrarlanabilirlik çalışması verilerinin devam

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.00	
<b>Pb</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.575	0.577
	2	0.576	0.580
	3	0.578	0.581
	4	0.570	0.569
	5	0.571	0.571
	6	0.572	0.572
Ortalama		0.574	0.575
Standart sapma		0.003	0.005
% RSD <sub>r</sub>		0.517	0.868
%HRSD <sub>r</sub>		2.870	2.869
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.012	0.020
max-min		0.007	0.012
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		1.337	3.769
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.012	
max-min		0.001	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.574	
Birleşik Standart Sapma		0.004	
% RSD <sub>r,pool</sub> (genel)		0.715	
%HRSD <sub>r</sub>		2.870	
Horrrat		0.249	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

MEYVE SUYU MATRİSİ TEKRARLANABİLİRLİK			
Eklenen (mg/L)		0.50	
<b>Cr</b>	n	1. Analizci	2. Analizci
	1	0.500	0.481
	2	0.503	0.493
	3	0.492	0.496
	4	0.490	0.498
	5	0.491	0.498
	6	0.495	0.503
Ortalama		0.495	0.495
Standart sapma		0.005	0.007
% RSD <sub>r</sub>		1.085	1.506
%HRSD <sub>r</sub>		2.934	2.935
n-1		5	5
Tekrarlanabilirlik kontrolü		uygun	uygun
Tekrarlanabilirlik limiti (f(6)=4)		0.022	0.030
max-min		0.013	0.022
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü		uygun	uygun
(RSD <sup>2</sup> )*(n-1)		5.888	11.340
Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2.8)		0.018	
max-min		0.000	
Tekrarlanabilirlik limitine uygunluk kontrolü (analizciler arası)		uygun	
Genel Ortalama %		0.495	
Birleşik Standart Sapma		0.006	
% RSD <sub>r,pool</sub> (genel)		1.313	
%HRSD <sub>r</sub>		2.935	
Horrrat		0.447	
Tekrarlanabilirlik kontrolü <sub>(genel)</sub>		uygun	

**Ek Tablo 6.** Lahana matrisinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verileri

GIDA TÜRÜ: LAHANA				GIDA TÜRÜ: LAHANA				GIDA TÜRÜ: LAHANA				
<b>Mg (mg/L)</b>		<b>2.122</b>		<b>Mg (mg/L)</b>		<b>2.122</b>		<b>Mg (mg/L)</b>		<b>2.122</b>		
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>				<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>				<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>				
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk	
Analizci 1	1	2.174	104.80	uygun	1	2.624	100.53	uygun	1	4.085	98.18	uygun
	2	2.171	99.24	uygun	2	2.620	99.70	uygun	2	4.096	98.74	uygun
	3	2.169	95.25	uygun	3	2.616	98.86	uygun	3	4.109	99.37	uygun
	4	2.169	95.24	uygun	4	2.613	98.19	uygun	4	4.115	99.68	uygun
	5	2.170	95.92	uygun	5	2.611	97.93	uygun	5	4.121	99.98	uygun
	6	2.174	104.85	uygun	6	2.609	97.39	uygun	6	4.119	99.89	uygun
	7	2.173	101.91	uygun	7	2.625	100.77	uygun	7	4.159	101.85	uygun
	8	2.171	98.80	uygun	8	2.600	95.67	uygun	8	4.113	99.55	uygun
	9	2.169	95.06	uygun	9	2.606	96.79	uygun	9	4.111	99.45	uygun
	10	2.171	97.91	uygun	10	2.620	99.66	uygun	10	4.106	99.20	uygun
Analizci 2	11	2.169	95.02	uygun	11	2.616	98.86	uygun	11	4.120	99.93	uygun
	12	2.171	99.47	uygun	12	2.626	100.95	uygun	12	4.126	100.22	uygun
	13	2.174	104.80	uygun	13	2.621	99.92	uygun	13	4.130	100.43	uygun
	14	2.173	101.92	uygun	14	2.624	100.38	uygun	14	4.115	99.68	uygun
	15	2.173	103.22	uygun	15	2.624	100.39	uygun	15	4.115	99.68	uygun
	16	2.174	104.91	uygun	16	2.622	99.99	uygun	16	4.110	99.43	uygun
	17	2.169	95.12	uygun	17	2.635	102.73	uygun	17	4.102	99.03	uygun
	18	2.170	95.92	uygun	18	2.629	101.46	uygun	18	4.078	97.80	uygun
	19	2.169	95.64	uygun	19	2.608	97.19	uygun	19	4.056	96.70	uygun
	20	2.171	97.91	uygun	20	2.621	99.93	uygun	20	4.173	102.59	uygun
%GK-Ortalama			99.15	%GK-Ortalama			99.36	%GK-Ortalama			99.57	
%GK-Standart sapma			3.83	%GK-Standart sapma			1.74	%GK-Standart sapma			1.26	
n			20	n			20	n			20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.856	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.389	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.283	
Ui			0.856	Ui			0.389	Ui			0.283	
t deneysel			0.998	t deneysel			1.633	t deneysel			1.525	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
Na (mg/L)		0.980	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.032	104.67 uygun
	2	1.030	99.96 uygun
	3	1.032	104.73 uygun
	4	1.030	99.86 uygun
	5	1.028	95.09 uygun
	6	1.028	95.11 uygun
	7	1.031	102.45 uygun
	8	1.032	104.57 uygun
	9	1.028	95.51 uygun
	10	1.028	95.18 uygun
Analizci 2	11	1.032	104.51 uygun
	12	1.032	104.91 uygun
	13	1.031	102.45 uygun
	14	1.029	97.71 uygun
	15	1.028	95.09 uygun
	16	1.028	95.33 uygun
	17	1.030	99.31 uygun
	18	1.032	104.91 uygun
	19	1.032	104.89 uygun
	20	1.029	97.11 uygun
%GK-Ortalama		100.17	
%GK-Standart sapma		4.11	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.918	
Ui		0.918	
t deneysel		0.183	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
Na (mg/L)		0.980	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.505	104.98 uygun
	2	1.502	104.42 uygun
	3	1.485	101.05 uygun
	4	1.481	100.29 uygun
	5	1.482	100.45 uygun
	6	1.484	100.84 uygun
	7	1.499	103.71 uygun
	8	1.482	100.39 uygun
	9	1.472	98.42 uygun
	10	1.460	95.97 uygun
Analizci 2	11	1.492	102.40 uygun
	12	1.491	102.24 uygun
	13	1.486	101.20 uygun
	14	1.482	100.42 uygun
	15	1.485	101.05 uygun
	16	1.489	101.76 uygun
	17	1.462	96.42 uygun
	18	1.477	99.44 uygun
	19	1.471	98.21 uygun
	20	1.465	97.00 uygun
%GK-Ortalama		100.53	
%GK-Standart sapma		2.46	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.551	
Ui		0.551	
t deneysel		0.969	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
Na (mg/L)		0.980	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	3.001	101.06 uygun
	2	2.985	100.26 uygun
	3	2.977	99.87 uygun
	4	2.979	99.95 uygun
	5	2.959	98.96 uygun
	6	2.951	98.55 uygun
	7	2.985	100.25 uygun
	8	3.009	101.45 uygun
	9	3.010	101.51 uygun
	10	3.013	101.66 uygun
Analizci 2	11	3.016	101.78 uygun
	12	3.022	102.08 uygun
	13	2.979	99.97 uygun
	14	2.951	98.56 uygun
	15	3.014	101.71 uygun
	16	2.907	96.33 uygun
	17	2.994	100.70 uygun
	18	2.985	100.26 uygun
	19	2.974	99.70 uygun
	20	2.968	99.40 uygun
%GK-Ortalama		100.20	
%GK-Standart sapma		1.41	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.315	
Ui		0.315	
t deneysel		0.639	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 6. Lahana matrisinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>K (mg/L)</b>		<b>2.690</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.742	104.44 uygun
	2	2.742	104.47 uygun
	3	2.739	97.50 uygun
	4	2.737	95.06 uygun
	5	2.738	96.85 uygun
	6	2.739	98.85 uygun
	7	2.742	104.80 uygun
	8	2.742	104.40 uygun
	9	2.742	104.84 uygun
	10	2.741	102.40 uygun
Analizci 2	11	2.741	101.67 uygun
	12	2.742	104.82 uygun
	13	2.738	96.45 uygun
	14	2.737	95.01 uygun
	15	2.742	104.41 uygun
	16	2.741	101.52 uygun
	17	2.740	99.52 uygun
	18	2.737	95.18 uygun
	19	2.738	96.60 uygun
	20	2.737	95.01 uygun
%GK-Ortalama		100.19	
%GK-Standart sapma		3.96	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.885	
Ui		0.885	
t deneysel		0.214	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>K (mg/L)</b>		<b>2.690</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	3.189	99.89 uygun
	2	3.191	100.28 uygun
	3	3.191	100.15 uygun
	4	3.188	99.69 uygun
	5	3.185	99.09 uygun
	6	3.180	98.09 uygun
	7	3.176	97.14 uygun
	8	3.171	96.24 uygun
	9	3.166	95.22 uygun
	10	3.170	96.04 uygun
Analizci 2	11	3.178	97.68 uygun
	12	3.181	98.24 uygun
	13	3.184	98.84 uygun
	14	3.190	100.05 uygun
	15	3.191	100.24 uygun
	16	3.184	98.88 uygun
	17	3.176	97.24 uygun
	18	3.180	97.95 uygun
	19	3.191	100.17 uygun
	20	3.186	99.30 uygun
%GK-Ortalama		98.52	
%GK-Standart sapma		1.54	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.345	
Ui		0.345	
t deneysel		4.284	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>K (mg/L)</b>		<b>2.690</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	4.621	96.57 uygun
	2	4.682	99.62 uygun
	3	4.690	100.03 uygun
	4	4.691	100.06 uygun
	5	4.678	99.39 uygun
	6	4.691	100.06 uygun
	7	4.692	100.11 uygun
	8	4.684	99.72 uygun
	9	4.681	99.56 uygun
	10	4.660	98.49 uygun
Analizci 2	11	4.651	98.07 uygun
	12	4.633	97.14 uygun
	13	4.611	96.06 uygun
	14	4.699	100.44 uygun
	15	4.684	99.71 uygun
	16	4.681	99.56 uygun
	17	4.674	99.23 uygun
	18	4.704	100.69 uygun
	19	4.701	100.54 uygun
	20	4.691	100.04 uygun
%GK-Ortalama		99.25	
%GK-Standart sapma		1.32	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.295	
Ui		0.295	
t deneysel		2.530	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA				
<b>Fe (mg/L)</b>		<b>0.815</b>		
<b>Eklenen (mg/L):</b>		<b>0.050</b>		
	n	Okunan (mg/L)	% GK	Uygunluk
Analizci 1	1	0.863	95.05	uygun
	2	0.867	104.44	uygun
	3	0.865	100.44	uygun
	4	0.863	96.65	uygun
	5	0.863	95.11	uygun
	6	0.863	95.20	uygun
	7	0.867	104.94	uygun
	8	0.867	104.23	uygun
	9	0.867	104.80	uygun
	10	0.864	97.10	uygun
Analizci 2	11	0.864	98.64	uygun
	12	0.865	100.66	uygun
	13	0.864	98.44	uygun
	14	0.866	102.45	uygun
	15	0.863	95.00	uygun
	16	0.867	104.71	uygun
	17	0.865	100.45	uygun
	18	0.863	95.07	uygun
	19	0.863	95.02	uygun
	20	0.863	95.00	uygun
%GK-Ortalama		99.17		
%GK-Standart sapma		3.94		
n		20		
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.881		
Ui		0.881		
t deneyysel		0.942		
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090		
t < t(kritik) ise Ux, t ≥ t(kritik) ise Ui kullanılır				

GIDA TÜRÜ: LAHANA				
<b>Fe (mg/L)</b>		<b>0.815</b>		
<b>Eklenen (mg/L):</b>		<b>0.500</b>		
	n	Okunan (mg/L)	% GK	Uygunluk
Analizci 1	1	1.303	97.65	uygun
	2	1.313	99.60	uygun
	3	1.311	99.11	uygun
	4	1.315	100.04	uygun
	5	1.314	99.85	uygun
	6	1.311	99.11	uygun
	7	1.290	95.00	uygun
	8	1.294	95.84	uygun
	9	1.300	96.90	uygun
	10	1.307	98.40	uygun
Analizci 2	11	1.311	99.11	uygun
	12	1.316	100.11	uygun
	13	1.299	96.77	uygun
	14	1.296	96.11	uygun
	15	1.304	97.84	uygun
	16	1.310	99.05	uygun
	17	1.313	99.65	uygun
	18	1.317	100.40	uygun
	19	1.320	101.05	uygun
	20	1.314	99.85	uygun
%GK-Ortalama		98.57		
%GK-Standart sapma		1.69		
n		20		
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.378		
Ui		0.378		
t deneyysel		3.781		
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090		
t < t(kritik) ise Ux, t ≥ t(kritik) ise Ui kullanılır				

GIDA TÜRÜ: LAHANA				
<b>Fe (mg/L)</b>		<b>0.815</b>		
<b>Eklenen (mg/L):</b>		<b>2.000</b>		
	n	Okunan (mg/L)	% GK	Uygunluk
Analizci 1	1	2.821	100.32	uygun
	2	2.825	100.52	uygun
	3	2.805	99.52	uygun
	4	2.755	96.99	uygun
	5	2.799	99.19	uygun
	6	2.855	102.02	uygun
	7	2.842	101.36	uygun
	8	2.837	101.08	uygun
	9	2.810	99.75	uygun
	10	2.811	99.81	uygun
Analizci 2	11	2.774	97.97	uygun
	12	2.760	97.24	uygun
	13	2.789	98.68	uygun
	14	2.866	102.53	uygun
	15	2.844	101.46	uygun
	16	2.808	99.64	uygun
	17	2.816	100.07	uygun
	18	2.821	100.31	uygun
	19	2.801	99.32	uygun
	20	2.805	99.52	uygun
%GK-Ortalama		99.86		
%GK-Standart sapma		1.45		
n		20		
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.325		
Ui		0.325		
t deneyysel		0.416		
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090		
t < t(kritik) ise Ux, t ≥ t(kritik) ise Ui kullanılır				

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.179</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.231	104.90 uygun
	2	0.230	103.45 uygun
	3	0.226	95.17 uygun
	4	0.231	104.43 uygun
	5	0.231	104.79 uygun
	6	0.231	104.80 uygun
	7	0.231	104.99 uygun
	8	0.227	97.44 uygun
	9	0.226	95.00 uygun
	10	0.226	95.05 uygun
Analizci 2	11	0.231	104.92 uygun
	12	0.231	104.85 uygun
	13	0.227	96.11 uygun
	14	0.226	95.04 uygun
	15	0.230	103.45 uygun
	16	0.231	104.93 uygun
	17	0.230	103.45 uygun
	18	0.226	95.05 uygun
	19	0.226	95.14 uygun
	20	0.231	104.11 uygun
%GK-Ortalama		100.85	
%GK-Standart sapma		4.54	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		1.015	
Ui		1.015	
t deneysel		0.841	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.179</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.695	103.35 uygun
	2	0.690	102.35 uygun
	3	0.684	101.14 uygun
	4	0.680	100.39 uygun
	5	0.681	100.55 uygun
	6	0.683	100.81 uygun
	7	0.684	101.03 uygun
	8	0.680	100.39 uygun
	9	0.675	99.34 uygun
	10	0.670	98.33 uygun
Analizci 2	11	0.665	97.39 uygun
	12	0.671	98.55 uygun
	13	0.661	96.41 uygun
	14	0.684	101.15 uygun
	15	0.680	100.39 uygun
	16	0.691	102.55 uygun
	17	0.685	101.21 uygun
	18	0.669	98.01 uygun
	19	0.684	101.11 uygun
	20	0.683	100.93 uygun
%GK-Ortalama		100.27	
%GK-Standart sapma		1.77	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.395	
Ui		0.395	
t deneysel		0.677	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.179</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.202	101.19 uygun
	2	2.205	101.30 uygun
	3	2.211	101.63 uygun
	4	2.190	100.55 uygun
	5	2.170	99.57 uygun
	6	2.152	98.69 uygun
	7	2.132	97.69 uygun
	8	2.163	99.24 uygun
	9	2.178	99.97 uygun
	10	2.190	100.56 uygun
Analizci 2	11	2.203	101.24 uygun
	12	2.159	99.02 uygun
	13	2.137	97.92 uygun
	14	2.221	102.14 uygun
	15	2.186	100.35 uygun
	16	2.156	98.86 uygun
	17	2.176	99.85 uygun
	18	2.180	100.06 uygun
	19	2.190	100.56 uygun
	20	2.175	99.85 uygun
%GK-Ortalama		100.01	
%GK-Standart sapma		1.20	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.268	
Ui		0.268	
t deneysel		0.045	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Cu</b> (mg/L)		<b>0.096</b>	
Eklenen (mg/L): <b>0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.144	95.04 uygun
	2	0.147	101.31 uygun
	3	0.146	98.73 uygun
	4	0.147	101.40 uygun
	5	0.144	95.01 uygun
	6	0.147	100.52 uygun
	7	0.147	100.44 uygun
	8	0.146	99.39 uygun
	9	0.146	98.51 uygun
	10	0.147	101.44 uygun
Analizci 2	11	0.144	95.64 uygun
	12	0.146	98.60 uygun
	13	0.145	97.18 uygun
	14	0.149	104.91 uygun
	15	0.148	103.45 uygun
	16	0.148	102.73 uygun
	17	0.147	101.47 uygun
	18	0.147	101.18 uygun
	19	0.146	99.85 uygun
	20	0.146	99.40 uygun
%GK-Ortalama		99.81	
%GK-Standart sapma		2.67	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.597	
Ui		0.597	
t deneysel		0.318	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Cu</b> (mg/L)		<b>0.096</b>	
Eklenen (mg/L): <b>0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.606	101.98 uygun
	2	0.594	99.63 uygun
	3	0.598	100.30 uygun
	4	0.606	101.92 uygun
	5	0.578	96.32 uygun
	6	0.581	96.99 uygun
	7	0.599	100.51 uygun
	8	0.591	98.98 uygun
	9	0.601	100.96 uygun
	10	0.599	100.51 uygun
Analizci 2	11	0.594	99.62 uygun
	12	0.595	99.78 uygun
	13	0.596	99.98 uygun
	14	0.597	100.19 uygun
	15	0.590	98.67 uygun
	16	0.591	98.99 uygun
	17	0.595	99.78 uygun
	18	0.597	100.05 uygun
	19	0.599	100.51 uygun
	20	0.592	99.21 uygun
%GK-Ortalama		99.74	
%GK-Standart sapma		1.37	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.306	
Ui		0.306	
t deneysel		0.835	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Cu</b> (mg/L)		<b>0.096</b>	
Eklenen (mg/L): <b>2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.059	98.13 uygun
	2	2.078	99.06 uygun
	3	2.067	98.53 uygun
	4	2.081	99.24 uygun
	5	2.085	99.45 uygun
	6	2.084	99.41 uygun
	7	2.045	97.41 uygun
	8	2.051	97.75 uygun
	9	2.066	98.50 uygun
	10	2.097	100.01 uygun
Analizci 2	11	2.070	98.68 uygun
	12	2.102	100.30 uygun
	13	2.106	100.46 uygun
	14	2.060	98.18 uygun
	15	2.067	98.53 uygun
	16	2.077	99.06 uygun
	17	2.090	99.66 uygun
	18	2.096	99.96 uygun
	19	2.103	100.35 uygun
	20	2.101	100.26 uygun
%GK-Ortalama		99.15	
%GK-Standart sapma		0.92	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.205	
Ui		0.205	
t deneysel		4.170	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
AI (mg/L)		0.187	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.239	104.96 uygun
	2	0.235	97.03 uygun
	3	0.236	99.04 uygun
	4	0.235	96.57 uygun
	5	0.234	95.02 uygun
	6	0.236	99.25 uygun
	7	0.237	100.84 uygun
	8	0.238	103.03 uygun
	9	0.239	104.80 uygun
	10	0.239	104.90 uygun
Analizci 2	11	0.239	104.95 uygun
	12	0.239	104.85 uygun
	13	0.237	100.84 uygun
	14	0.236	98.84 uygun
	15	0.237	101.02 uygun
	16	0.238	102.85 uygun
	17	0.237	100.78 uygun
	18	0.236	98.80 uygun
	19	0.234	95.25 uygun
	20	0.237	99.85 uygun
%GK-Ortalama		100.67	
%GK-Standart sapma		3.27	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.731	
Ui		0.731	
t deneysel		0.922	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
AI (mg/L)		0.187	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.695	101.72 uygun
	2	0.692	101.15 uygun
	3	0.690	100.73 uygun
	4	0.685	99.77 uygun
	5	0.681	98.92 uygun
	6	0.670	96.59 uygun
	7	0.678	98.25 uygun
	8	0.690	100.65 uygun
	9	0.672	97.10 uygun
	10	0.666	95.88 uygun
Analizci 2	11	0.687	99.99 uygun
	12	0.681	98.92 uygun
	13	0.671	96.97 uygun
	14	0.678	98.28 uygun
	15	0.690	100.59 uygun
	16	0.685	99.72 uygun
	17	0.689	100.48 uygun
	18	0.681	98.81 uygun
	19	0.690	100.59 uygun
	20	0.684	99.48 uygun
%GK-Ortalama		99.23	
%GK-Standart sapma		1.63	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.365	
Ui		0.365	
t deneysel		2.108	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
AI (mg/L)		0.187	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.108	96.08 uygun
	2	2.121	96.72 uygun
	3	2.136	97.47 uygun
	4	2.145	97.93 uygun
	5	2.148	98.06 uygun
	6	2.157	98.50 uygun
	7	2.174	99.38 uygun
	8	2.178	99.59 uygun
	9	2.185	99.93 uygun
	10	2.191	100.22 uygun
Analizci 2	11	2.184	99.87 uygun
	12	2.185	99.92 uygun
	13	2.186	99.98 uygun
	14	2.190	100.15 uygun
	15	2.189	100.10 uygun
	16	2.123	96.80 uygun
	17	2.130	97.16 uygun
	18	2.133	97.30 uygun
	19	2.141	97.73 uygun
	20	2.167	99.02 uygun
%GK-Ortalama		98.60	
%GK-Standart sapma		1.37	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.307	
Ui		0.307	
t deneysel		4.581	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.459</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.511	104.00 uygun
	2	0.509	99.26 uygun
	3	0.510	102.01 uygun
	4	0.512	104.96 uygun
	5	0.508	96.66 uygun
	6	0.507	95.07 uygun
	7	0.507	96.45 uygun
	8	0.510	102.00 uygun
	9	0.512	104.90 uygun
	10	0.511	104.00 uygun
Analizci 2	11	0.510	100.66 uygun
	12	0.510	102.01 uygun
	13	0.511	103.60 uygun
	14	0.511	104.00 uygun
	15	0.510	101.27 uygun
	16	0.512	104.96 uygun
	17	0.512	104.96 uygun
	18	0.510	102.00 uygun
	19	0.508	96.67 uygun
	20	0.507	95.78 uygun
%GK-Ortalama		101.26	
%GK-Standart sapma		3.42	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.766	
Ui		0.766	
t deneysel		1.647	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.459</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.957	99.60 uygun
	2	0.958	99.80 uygun
	3	0.961	100.40 uygun
	4	0.962	100.62 uygun
	5	0.951	98.42 uygun
	6	0.952	98.56 uygun
	7	0.955	99.20 uygun
	8	0.960	100.22 uygun
	9	0.957	99.47 uygun
	10	0.959	100.04 uygun
Analizci 2	11	0.962	100.47 uygun
	12	0.969	101.96 uygun
	13	0.947	97.47 uygun
	14	0.945	97.07 uygun
	15	0.965	101.07 uygun
	16	0.960	100.20 uygun
	17	0.955	99.25 uygun
	18	0.948	97.67 uygun
	19	0.948	97.67 uygun
	20	0.967	101.56 uygun
%GK-Ortalama		99.53	
%GK-Standart sapma		1.38	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.308	
Ui		0.308	
t deneysel		1.510	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.459</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.447	99.37 uygun
	2	2.462	100.14 uygun
	3	2.458	99.95 uygun
	4	2.455	99.80 uygun
	5	2.432	98.64 uygun
	6	2.406	97.32 uygun
	7	2.501	102.10 uygun
	8	2.479	100.98 uygun
	9	2.466	100.33 uygun
	10	2.451	99.59 uygun
Analizci 2	11	2.455	99.80 uygun
	12	2.457	99.87 uygun
	13	2.448	99.43 uygun
	14	2.452	99.65 uygun
	15	2.455	99.79 uygun
	16	2.459	99.97 uygun
	17	2.421	98.09 uygun
	18	2.409	97.47 uygun
	19	2.502	102.15 uygun
	20	2.479	100.97 uygun
%GK-Ortalama		99.77	
%GK-Standart sapma		1.26	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.282	
Ui		0.282	
t deneysel		0.816	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Cd (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.050	100.67 uygun
	2	0.052	104.24 uygun
	3	0.050	100.22 uygun
	4	0.051	102.25 uygun
	5	0.052	104.23 uygun
	6	0.052	104.96 uygun
	7	0.052	104.93 uygun
	8	0.052	104.93 uygun
	9	0.051	101.10 uygun
	10	0.050	99.51 uygun
Analizci 2	11	0.049	98.89 uygun
	12	0.049	98.47 uygun
	13	0.048	95.57 uygun
	14	0.048	95.05 uygun
	15	0.050	100.90 uygun
	16	0.051	101.12 uygun
	17	0.051	101.31 uygun
	18	0.051	101.71 uygun
	19	0.051	102.25 uygun
	20	0.052	103.09 uygun
%GK-Ortalama		101.27	
%GK-Standart sapma		2.84	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.634	
Ui		0.634	
t deneysel		2.002	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Cd (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.498	99.64 uygun
	2	0.506	101.24 uygun
	3	0.503	100.50 uygun
	4	0.503	100.65 uygun
	5	0.495	99.04 uygun
	6	0.492	98.41 uygun
	7	0.497	99.30 uygun
	8	0.496	99.11 uygun
	9	0.497	99.30 uygun
	10	0.503	100.65 uygun
Analizci 2	11	0.503	100.51 uygun
	12	0.499	99.71 uygun
	13	0.496	99.18 uygun
	14	0.491	98.24 uygun
	15	0.491	98.11 uygun
	16	0.485	97.04 uygun
	17	0.501	100.25 uygun
	18	0.499	99.71 uygun
	19	0.507	101.31 uygun
	20	0.487	97.40 uygun
%GK-Ortalama		99.47	
%GK-Standart sapma		1.20	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.268	
Ui		0.268	
t deneysel		1.993	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Cd (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.011	100.56 uygun
	2	2.052	102.61 uygun
	3	1.986	99.28 uygun
	4	1.994	99.71 uygun
	5	1.980	98.99 uygun
	6	2.003	100.13 uygun
	7	2.006	100.28 uygun
	8	2.000	100.01 uygun
	9	1.996	99.79 uygun
	10	1.999	99.94 uygun
Analizci 2	11	2.011	100.56 uygun
	12	1.999	99.93 uygun
	13	1.960	97.99 uygun
	14	1.994	99.71 uygun
	15	2.002	100.11 uygun
	16	2.011	100.55 uygun
	17	1.991	99.55 uygun
	18	1.995	99.73 uygun
	19	2.001	100.06 uygun
	20	1.990	99.51 uygun
%GK-Ortalama		99.95	
%GK-Standart sapma		0.86	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.193	
Ui		0.193	
t deneysel		0.258	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.049	97.33 uygun
	2	0.048	95.51 uygun
	3	0.049	97.91 uygun
	4	0.051	101.55 uygun
	5	0.051	102.25 uygun
	6	0.052	104.29 uygun
	7	0.049	97.71 uygun
	8	0.052	104.22 uygun
	9	0.048	96.24 uygun
	10	0.048	95.05 uygun
Analizci 2	11	0.051	101.71 uygun
	12	0.050	100.25 uygun
	13	0.049	97.13 uygun
	14	0.052	104.24 uygun
	15	0.051	102.25 uygun
	16	0.051	101.04 uygun
	17	0.052	104.49 uygun
	18	0.052	104.98 uygun
	19	0.051	101.09 uygun
	20	0.049	97.91 uygun
%GK-Ortalama		100.36	
%GK-Standart sapma		3.26	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.730	
Ui		0.730	
t deneysel		0.490	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.502	100.45 uygun
	2	0.495	99.05 uygun
	3	0.491	98.25 uygun
	4	0.495	99.04 uygun
	5	0.490	98.05 uygun
	6	0.488	97.51 uygun
	7	0.502	100.47 uygun
	8	0.510	102.04 uygun
	9	0.490	97.93 uygun
	10	0.507	101.49 uygun
Analizci 2	11	0.495	99.04 uygun
	12	0.499	99.71 uygun
	13	0.502	100.42 uygun
	14	0.500	99.97 uygun
	15	0.506	101.24 uygun
	16	0.490	97.90 uygun
	17	0.479	95.80 uygun
	18	0.499	99.71 uygun
	19	0.500	100.02 uygun
	20	0.496	99.11 uygun
%GK-Ortalama		99.36	
%GK-Standart sapma		1.51	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.338	
Ui		0.338	
t deneysel		1.889	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.995	99.76 uygun
	2	1.959	97.94 uygun
	3	2.011	100.56 uygun
	4	2.037	101.83 uygun
	5	2.001	100.07 uygun
	6	1.995	99.76 uygun
	7	1.996	99.78 uygun
	8	1.999	99.93 uygun
	9	2.001	100.06 uygun
	10	2.010	100.51 uygun
Analizci 2	11	1.999	99.93 uygun
	12	2.022	101.12 uygun
	13	2.001	100.07 uygun
	14	2.010	100.50 uygun
	15	1.988	99.38 uygun
	16	1.991	99.56 uygun
	17	1.994	99.68 uygun
	18	2.011	100.56 uygun
	19	2.010	100.48 uygun
	20	2.023	101.17 uygun
%GK-Ortalama		100.13	
%GK-Standart sapma		0.80	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.178	
Ui		0.178	
t deneysel		0.743	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Ni</b> (mg/L)		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.050	99.33 uygun
	2	0.051	101.55 uygun
	3	0.048	95.91 uygun
	4	0.050	100.55 uygun
	5	0.051	102.27 uygun
	6	0.049	97.99 uygun
	7	0.048	95.57 uygun
	8	0.052	105.00 uygun
	9	0.048	95.58 uygun
	10	0.048	95.93 uygun
Analizci 2	11	0.050	100.45 uygun
	12	0.051	101.71 uygun
	13	0.051	102.04 uygun
	14	0.049	97.93 uygun
	15	0.050	99.78 uygun
	16	0.051	102.25 uygun
	17	0.052	104.98 uygun
	18	0.048	95.05 uygun
	19	0.050	100.88 uygun
	20	0.048	95.58 uygun
%GK-Ortalama		99.52	
%GK-Standart sapma		3.17	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.710	
Ui		0.710	
t deneysel		0.681	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Ni</b> (mg/L)		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.506	101.24 uygun
	2	0.505	101.04 uygun
	3	0.501	100.25 uygun
	4	0.500	100.07 uygun
	5	0.500	100.07 uygun
	6	0.501	100.19 uygun
	7	0.510	102.04 uygun
	8	0.499	99.71 uygun
	9	0.490	98.05 uygun
	10	0.480	95.98 uygun
Analizci 2	11	0.499	99.71 uygun
	12	0.500	100.02 uygun
	13	0.500	100.07 uygun
	14	0.501	100.14 uygun
	15	0.506	101.24 uygun
	16	0.499	99.71 uygun
	17	0.491	98.24 uygun
	18	0.483	96.65 uygun
	19	0.490	98.07 uygun
	20	0.488	97.60 uygun
%GK-Ortalama		99.50	
%GK-Standart sapma		1.58	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.354	
Ui		0.354	
t deneysel		1.398	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Ni</b> (mg/L)		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.002	100.11 uygun
	2	2.010	100.50 uygun
	3	2.001	100.06 uygun
	4	2.011	100.56 uygun
	5	1.989	99.43 uygun
	6	1.999	99.93 uygun
	7	1.996	99.82 uygun
	8	1.984	99.21 uygun
	9	1.957	97.83 uygun
	10	1.961	98.05 uygun
Analizci 2	11	2.003	100.16 uygun
	12	2.012	100.61 uygun
	13	2.023	101.17 uygun
	14	1.999	99.93 uygun
	15	1.995	99.77 uygun
	16	1.902	95.11 uygun
	17	1.979	98.93 uygun
	18	2.034	101.68 uygun
	19	2.004	100.22 uygun
	20	2.011	100.56 uygun
%GK-Ortalama		99.68	
%GK-Standart sapma		1.42	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.317	
Ui		0.317	
t deneysel		1.003	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.039</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.089	99.64 uygun
	2	0.089	100.89 uygun
	3	0.090	102.67 uygun
	4	0.091	103.10 uygun
	5	0.091	103.24 uygun
	6	0.090	102.24 uygun
	7	0.091	104.45 uygun
	8	0.091	104.65 uygun
	9	0.091	104.94 uygun
	10	0.091	104.91 uygun
Analizci 2	11	0.091	104.94 uygun
	12	0.091	103.97 uygun
	13	0.090	102.44 uygun
	14	0.090	101.09 uygun
	15	0.089	99.09 uygun
	16	0.087	95.00 uygun
	17	0.089	100.82 uygun
	18	0.091	103.49 uygun
	19	0.091	104.97 uygun
	20	0.090	102.82 uygun
%GK-Ortalama		102.47	
%GK-Standart sapma		2.51	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.562	
Ui		0.562	
t deneysel		4.395	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.039</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.533	98.69 uygun
	2	0.521	96.40 uygun
	3	0.536	99.40 uygun
	4	0.540	100.21 uygun
	5	0.545	101.20 uygun
	6	0.543	100.76 uygun
	7	0.545	101.20 uygun
	8	0.551	102.36 uygun
	9	0.536	99.36 uygun
	10	0.541	100.37 uygun
Analizci 2	11	0.542	100.58 uygun
	12	0.541	100.40 uygun
	13	0.537	99.47 uygun
	14	0.535	99.20 uygun
	15	0.530	98.23 uygun
	16	0.525	97.23 uygun
	17	0.537	99.46 uygun
	18	0.540	100.16 uygun
	19	0.540	100.18 uygun
	20	0.540	100.17 uygun
%GK-Ortalama		99.75	
%GK-Standart sapma		1.38	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.308	
Ui		0.308	
t deneysel		0.800	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.039</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.034	99.72 uygun
	2	2.039	99.97 uygun
	3	2.041	100.09 uygun
	4	2.042	100.15 uygun
	5	2.045	100.30 uygun
	6	2.036	99.82 uygun
	7	2.040	100.03 uygun
	8	2.044	100.25 uygun
	9	2.040	100.05 uygun
	10	2.041	100.10 uygun
Analizci 2	11	2.036	99.82 uygun
	12	2.036	99.82 uygun
	13	2.042	100.15 uygun
	14	2.040	100.05 uygun
	15	2.044	100.25 uygun
	16	2.045	100.27 uygun
	17	2.031	99.59 uygun
	18	2.050	100.55 uygun
	19	2.041	100.10 uygun
	20	2.045	100.28 uygun
%GK-Ortalama		100.07	
%GK-Standart sapma		0.23	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.051	
Ui		0.051	
t deneysel		1.327	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 6. Lahana matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Cr (mg/L)</b>		<b>0.054</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.102	96.27 uygun
	2	0.104	99.13 uygun
	3	0.105	102.25 uygun
	4	0.103	98.25 uygun
	5	0.102	96.45 uygun
	6	0.104	99.13 uygun
	7	0.105	101.84 uygun
	8	0.103	98.25 uygun
	9	0.103	97.67 uygun
	10	0.103	97.70 uygun
Analizci 2	11	0.102	96.46 uygun
	12	0.105	100.91 uygun
	13	0.105	101.82 uygun
	14	0.104	100.25 uygun
	15	0.104	98.90 uygun
	16	0.103	97.80 uygun
	17	0.103	97.13 uygun
	18	0.103	97.80 uygun
	19	0.103	97.13 uygun
	20	0.107	104.93 uygun
%GK-Ortalama		99.00	
%GK-Standart sapma		2.32	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.518	
Ui		0.518	
t deneysel		1.925	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Cr (mg/L)</b>		<b>0.054</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.555	100.18 uygun
	2	0.556	100.42 uygun
	3	0.558	100.68 uygun
	4	0.553	99.83 uygun
	5	0.552	99.65 uygun
	6	0.551	99.39 uygun
	7	0.550	99.23 uygun
	8	0.546	98.36 uygun
	9	0.551	99.42 uygun
	10	0.557	100.57 uygun
Analizci 2	11	0.557	100.62 uygun
	12	0.558	100.69 uygun
	13	0.559	100.98 uygun
	14	0.548	98.69 uygun
	15	0.545	98.09 uygun
	16	0.553	99.82 uygun
	17	0.555	100.23 uygun
	18	0.557	100.51 uygun
	19	0.559	100.88 uygun
	20	0.560	101.20 uygun
%GK-Ortalama		99.97	
%GK-Standart sapma		0.89	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.198	
Ui		0.198	
t deneysel		0.135	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: LAHANA			
<b>Cr (mg/L)</b>		<b>0.054</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.061	100.35 uygun
	2	2.051	99.85 uygun
	3	2.055	100.06 uygun
	4	2.057	100.12 uygun
	5	2.041	99.35 uygun
	6	2.041	99.34 uygun
	7	2.037	99.12 uygun
	8	2.055	100.06 uygun
	9	2.046	99.59 uygun
	10	2.049	99.72 uygun
Analizci 2	11	2.056	100.11 uygun
	12	2.061	100.35 uygun
	13	2.055	100.06 uygun
	14	2.053	99.96 uygun
	15	2.051	99.85 uygun
	16	2.050	99.77 uygun
	17	2.049	99.72 uygun
	18	2.057	100.13 uygun
	19	2.051	99.86 uygun
	20	2.052	99.91 uygun
%GK-Ortalama		99.86	
%GK-Standart sapma		0.32	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.072	
Ui		0.072	
t deneysel		1.895	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verileri

GIDA TÜRÜ: UN				GIDA TÜRÜ: UN				GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Ca (mg/L)</b>		<b>1.906</b>		<b>Ca (mg/L)</b>		<b>1.905</b>		<b>Ca (mg/L)</b>		<b>1.906</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>				<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>				<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.958	104.84 uygun	Analizci 1	1	2.410	100.93 uygun	Analizci 1	1	3.923	100.85 uygun
	2	1.955	98.81 uygun		2	2.408	100.52 uygun		2	3.915	100.48 uygun
	3	1.956	101.24 uygun		3	2.409	100.72 uygun		3	3.900	99.70 uygun
	4	1.953	95.04 uygun		4	2.408	100.39 uygun		4	3.925	100.98 uygun
	5	1.953	95.05 uygun		5	2.410	100.93 uygun		5	3.905	99.98 uygun
	6	1.956	101.46 uygun		6	2.407	100.19 uygun		6	3.896	99.50 uygun
	7	1.957	103.24 uygun		7	2.400	98.93 uygun		7	3.890	99.23 uygun
	8	1.958	104.86 uygun		8	2.399	98.59 uygun		8	3.886	99.00 uygun
	9	1.957	102.78 uygun		9	2.400	98.92 uygun		9	3.922	100.82 uygun
	10	1.955	99.22 uygun		10	2.401	99.12 uygun		10	3.904	99.94 uygun
Analizci 2	11	1.957	102.80 uygun	Analizci 2	11	2.403	99.53 uygun	Analizci 2	11	3.922	100.83 uygun
	12	1.958	104.98 uygun		12	2.405	99.96 uygun		12	3.890	99.20 uygun
	13	1.953	95.24 uygun		13	2.400	98.79 uygun		13	3.901	99.78 uygun
	14	1.953	95.06 uygun		14	2.411	101.08 uygun		14	3.904	99.93 uygun
	15	1.953	95.02 uygun		15	2.412	101.34 uygun		15	3.890	99.20 uygun
	16	1.953	95.24 uygun		16	2.409	100.59 uygun		16	3.886	99.03 uygun
	17	1.955	97.90 uygun		17	2.410	100.79 uygun		17	3.891	99.27 uygun
	18	1.956	100.84 uygun		18	2.408	100.39 uygun		18	3.911	100.28 uygun
	19	1.957	101.90 uygun		19	2.396	97.98 uygun		19	3.891	99.28 uygun
	20	1.957	102.81 uygun		20	2.411	101.10 uygun		20	3.902	99.83 uygun
%GK-Ortalama			99.92	%GK-Ortalama			100.04	%GK-Ortalama			99.86
%GK-Standart sapma			3.73	%GK-Standart sapma			1.00	%GK-Standart sapma			0.66
n			20	n			20	n			20
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.833	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.223	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.147
Ui			0.833	Ui			0.223	Ui			0.147
t deneysel			0.098	t deneysel			0.184	t deneysel			0.983
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN			
Na (mg/L)		0.181	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.231	100.40 uygun
	2	0.233	104.98 uygun
	3	0.233	104.96 uygun
	4	0.233	104.80 uygun
	5	0.230	98.84 uygun
	6	0.229	95.97 uygun
	7	0.229	95.51 uygun
	8	0.229	96.60 uygun
	9	0.230	98.84 uygun
	10	0.233	104.99 uygun
Analizci 2	11	0.233	104.81 uygun
	12	0.232	102.80 uygun
	13	0.231	100.40 uygun
	14	0.228	95.08 uygun
	15	0.228	95.10 uygun
	16	0.230	98.84 uygun
	17	0.231	100.84 uygun
	18	0.232	102.80 uygun
	19	0.233	104.95 uygun
	20	0.233	104.94 uygun
%GK-Ortalama		100.82	
%GK-Standart sapma		3.79	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.847	
Ui		0.847	
t deneysel		0.973	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
Na (mg/L)		0.181	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.675	98.88 uygun
	2	0.672	98.24 uygun
	3	0.680	99.88 uygun
	4	0.685	100.84 uygun
	5	0.684	100.68 uygun
	6	0.680	99.89 uygun
	7	0.679	99.69 uygun
	8	0.675	98.88 uygun
	9	0.675	98.74 uygun
	10	0.680	99.88 uygun
Analizci 2	11	0.682	100.24 uygun
	12	0.679	99.68 uygun
	13	0.675	98.88 uygun
	14	0.676	99.06 uygun
	15	0.670	97.89 uygun
	16	0.665	96.89 uygun
	17	0.691	102.08 uygun
	18	0.685	100.88 uygun
	19	0.687	101.16 uygun
	20	0.691	102.04 uygun
%GK-Ortalama		99.72	
%GK-Standart sapma		1.34	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.299	
Ui		0.299	
t deneysel		0.930	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
Na (mg/L)		0.181	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.200	100.97 uygun
	2	2.176	99.74 uygun
	3	2.170	99.48 uygun
	4	2.176	99.78 uygun
	5	2.180	99.97 uygun
	6	2.185	100.22 uygun
	7	2.190	100.47 uygun
	8	2.184	100.17 uygun
	9	2.174	99.67 uygun
	10	2.232	102.57 uygun
Analizci 2	11	2.180	99.97 uygun
	12	2.178	99.84 uygun
	13	2.175	99.72 uygun
	14	2.181	100.01 uygun
	15	2.181	100.02 uygun
	16	2.178	99.84 uygun
	17	2.171	99.52 uygun
	18	2.165	99.22 uygun
	19	2.174	99.67 uygun
	20	2.176	99.77 uygun
%GK-Ortalama		100.03	
%GK-Standart sapma		0.71	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.158	
Ui		0.158	
t deneysel		0.195	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>K</b> (mg/L)		<b>1.638</b>	
<b>Eklene</b> n (mg/L): <b>0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.686	95.34 uygun
	2	1.689	100.70 uygun
	3	1.691	105.00 uygun
	4	1.691	104.96 uygun
	5	1.690	103.87 uygun
	6	1.690	102.80 uygun
	7	1.691	104.99 uygun
	8	1.690	103.39 uygun
	9	1.689	100.70 uygun
	10	1.686	95.89 uygun
Analizci 2	11	1.687	96.95 uygun
	12	1.688	100.17 uygun
	13	1.691	104.96 uygun
	14	1.690	103.21 uygun
	15	1.688	98.54 uygun
	16	1.686	95.82 uygun
	17	1.687	96.93 uygun
	18	1.691	105.00 uygun
	19	1.690	103.12 uygun
	20	1.686	95.13 uygun
%GK-Ortalama		100.87	
%GK-Standart sapma		3.73	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.835	
Ui		0.835	
t deneysel		1.046	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>K</b> (mg/L)		<b>1.638</b>	
<b>Eklene</b> n (mg/L): <b>0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.138	99.87 uygun
	2	2.125	97.39 uygun
	3	2.130	98.23 uygun
	4	2.136	99.46 uygun
	5	2.133	98.97 uygun
	6	2.129	98.20 uygun
	7	2.130	98.36 uygun
	8	2.132	98.73 uygun
	9	2.132	98.64 uygun
	10	2.137	99.74 uygun
Analizci 2	11	2.135	99.40 uygun
	12	2.129	98.07 uygun
	13	2.121	96.55 uygun
	14	2.125	97.39 uygun
	15	2.137	99.74 uygun
	16	2.138	99.91 uygun
	17	2.128	97.95 uygun
	18	2.130	98.23 uygun
	19	2.133	98.97 uygun
	20	2.140	100.24 uygun
%GK-Ortalama		98.70	
%GK-Standart sapma		0.98	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.220	
Ui		0.220	
t deneysel		5.901	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>K</b> (mg/L)		<b>1.638</b>	
<b>Eklene</b> n (mg/L): <b>2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	3.643	100.23 uygun
	2	3.636	99.89 uygun
	3	3.640	100.06 uygun
	4	3.642	100.17 uygun
	5	3.640	100.06 uygun
	6	3.639	100.02 uygun
	7	3.637	99.91 uygun
	8	3.633	99.73 uygun
	9	3.646	100.36 uygun
	10	3.637	99.91 uygun
Analizci 2	11	3.639	100.05 uygun
	12	3.643	100.23 uygun
	13	3.644	100.27 uygun
	14	3.637	99.94 uygun
	15	3.634	99.77 uygun
	16	3.629	99.52 uygun
	17	3.631	99.61 uygun
	18	3.644	100.27 uygun
	19	3.642	100.18 uygun
	20	3.637	99.91 uygun
%GK-Ortalama		100.01	
%GK-Standart sapma		0.23	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.051	
Ui		0.051	
t deneysel		0.128	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Fe (mg/L)</b>		<b>0.160</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.212	102.26 uygun
	2	0.213	104.97 uygun
	3	0.210	98.72 uygun
	4	0.208	95.02 uygun
	5	0.210	98.72 uygun
	6	0.211	101.89 uygun
	7	0.208	95.37 uygun
	8	0.209	97.05 uygun
	9	0.209	98.16 uygun
	10	0.210	98.60 uygun
Analizci 2	11	0.210	100.07 uygun
	12	0.211	101.91 uygun
	13	0.212	103.38 uygun
	14	0.213	104.94 uygun
	15	0.213	104.90 uygun
	16	0.208	95.02 uygun
	17	0.208	95.19 uygun
	18	0.209	96.48 uygun
	19	0.209	97.05 uygun
	20	0.212	102.26 uygun
%GK-Ortalama		99.60	
%GK-Standart sapma		3.49	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.780	
Ui		0.780	
t deneysel		0.515	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Fe (mg/L)</b>		<b>1.60</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.663	100.60 uygun
	2	0.669	101.73 uygun
	3	0.655	98.90 uygun
	4	0.651	98.11 uygun
	5	0.655	98.90 uygun
	6	0.658	99.46 uygun
	7	0.660	99.87 uygun
	8	0.671	102.08 uygun
	9	0.664	100.78 uygun
	10	0.658	99.53 uygun
Analizci 2	11	0.662	100.24 uygun
	12	0.658	99.53 uygun
	13	0.654	98.71 uygun
	14	0.650	97.96 uygun
	15	0.645	97.01 uygun
	16	0.651	98.11 uygun
	17	0.652	98.35 uygun
	18	0.662	100.41 uygun
	19	0.663	100.60 uygun
	20	0.662	100.25 uygun
%GK-Ortalama		99.56	
%GK-Standart sapma		1.31	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.294	
Ui		0.294	
t deneysel		1.513	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Fe (mg/L)</b>		<b>0.160</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.161	100.05 uygun
	2	2.156	99.76 uygun
	3	2.150	99.47 uygun
	4	2.163	100.12 uygun
	5	2.165	100.22 uygun
	6	2.158	99.88 uygun
	7	2.149	99.44 uygun
	8	2.138	98.89 uygun
	9	2.131	98.53 uygun
	10	2.132	98.58 uygun
Analizci 2	11	2.138	98.86 uygun
	12	2.133	98.63 uygun
	13	2.156	99.78 uygun
	14	2.162	100.06 uygun
	15	2.160	99.96 uygun
	16	2.165	100.21 uygun
	17	2.165	100.25 uygun
	18	2.157	99.82 uygun
	19	2.153	99.61 uygun
	20	2.144	99.19 uygun
%GK-Ortalama		99.57	
%GK-Standart sapma		0.59	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.131	
Ui		0.131	
t deneysel		3.309	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.045</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.095	98.20 uygun
	2	0.096	100.56 uygun
	3	0.098	104.95 uygun
	4	0.098	104.92 uygun
	5	0.093	95.06 uygun
	6	0.094	96.42 uygun
	7	0.095	98.20 uygun
	8	0.093	95.06 uygun
	9	0.098	104.92 uygun
	10	0.097	102.29 uygun
Analizci 2	11	0.094	96.41 uygun
	12	0.093	95.14 uygun
	13	0.093	95.05 uygun
	14	0.095	98.25 uygun
	15	0.097	102.34 uygun
	16	0.098	104.92 uygun
	17	0.098	104.92 uygun
	18	0.094	96.42 uygun
	19	0.093	95.03 uygun
	20	0.095	98.91 uygun
%GK-Ortalama		99.40	
%GK-Standart sapma		3.95	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.883	
Ui		0.883	
t deneysel		0.681	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.045</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.541	99.19 uygun
	2	0.540	98.84 uygun
	3	0.535	97.86 uygun
	4	0.544	99.62 uygun
	5	0.548	100.60 uygun
	6	0.549	100.80 uygun
	7	0.550	100.96 uygun
	8	0.544	99.62 uygun
	9	0.539	98.80 uygun
	10	0.533	97.47 uygun
Analizci 2	11	0.544	99.63 uygun
	12	0.549	100.76 uygun
	13	0.551	101.19 uygun
	14	0.548	100.60 uygun
	15	0.547	100.21 uygun
	16	0.543	99.59 uygun
	17	0.539	98.65 uygun
	18	0.534	97.63 uygun
	19	0.549	100.80 uygun
	20	0.540	98.84 uygun
%GK-Ortalama		99.58	
%GK-Standart sapma		1.15	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.258	
Ui		0.258	
t deneysel		1.615	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.045</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.049	100.20 uygun
	2	2.044	99.92 uygun
	3	2.037	99.57 uygun
	4	2.038	99.62 uygun
	5	2.050	100.25 uygun
	6	2.053	100.40 uygun
	7	2.044	99.92 uygun
	8	2.048	100.13 uygun
	9	2.046	100.02 uygun
	10	2.045	99.97 uygun
Analizci 2	11	2.044	99.94 uygun
	12	2.049	100.20 uygun
	13	2.044	99.90 uygun
	14	2.041	99.76 uygun
	15	2.044	99.90 uygun
	16	2.040	99.71 uygun
	17	2.048	100.15 uygun
	18	2.051	100.26 uygun
	19	2.048	100.12 uygun
	20	2.045	99.95 uygun
%GK-Ortalama		100.00	
%GK-Standart sapma		0.22	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.049	
Ui		0.049	
t deneysel		0.098	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN				GIDA TÜRÜ: UN				GIDA TÜRÜ: UN				
<b>Cu</b> (mg/L)		<b>0.045</b>		<b>Cu</b> (mg/L)		<b>0.045</b>		<b>Cu</b> (mg/L)		<b>0.045</b>		
Eklenen (mg/L): <b>0.050</b>				Eklenen (mg/L): <b>0.500</b>				Eklenen (mg/L): <b>2.000</b>				
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk	
Analizci 1	1	0.096	103.82	uygun	1	0.546	100.39	uygun	1	2.049	100.24	uygun
	2	0.097	104.83	uygun	2	0.545	100.15	uygun	2	2.044	99.95	uygun
	3	0.096	102.05	uygun	3	0.544	99.82	uygun	3	2.045	100.00	uygun
	4	0.095	100.28	uygun	4	0.543	99.62	uygun	4	2.048	100.20	uygun
	5	0.094	98.49	uygun	5	0.540	99.18	uygun	5	2.048	100.20	uygun
	6	0.093	96.71	uygun	6	0.539	98.85	uygun	6	2.049	100.23	uygun
	7	0.092	95.01	uygun	7	0.540	99.18	uygun	7	2.044	99.97	uygun
	8	0.094	98.49	uygun	8	0.544	99.82	uygun	8	2.047	100.11	uygun
	9	0.095	100.27	uygun	9	0.548	100.60	uygun	9	2.046	100.06	uygun
	10	0.096	102.99	uygun	10	0.548	100.78	uygun	10	2.044	99.95	uygun
Analizci 2	11	0.096	103.48	uygun	11	0.549	100.94	uygun	11	2.046	100.06	uygun
	12	0.097	104.97	uygun	12	0.548	100.76	uygun	12	2.047	100.13	uygun
	13	0.096	103.84	uygun	13	0.542	99.59	uygun	13	2.042	99.85	uygun
	14	0.095	100.86	uygun	14	0.540	99.18	uygun	14	1.989	97.20	uygun
	15	0.094	99.28	uygun	15	0.540	99.06	uygun	15	2.041	99.80	uygun
	16	0.094	99.68	uygun	16	0.550	101.17	uygun	16	2.044	99.95	uygun
	17	0.096	102.08	uygun	17	0.539	98.82	uygun	17	2.042	99.85	uygun
	18	0.096	103.49	uygun	18	0.537	98.49	uygun	18	2.040	99.79	uygun
	19	0.093	96.71	uygun	19	0.540	99.02	uygun	19	2.044	99.97	uygun
	20	0.092	95.00	uygun	20	0.541	99.23	uygun	20	2.052	100.35	uygun
%GK-Ortalama			100.62	%GK-Ortalama			99.73	%GK-Ortalama			99.89	
%GK-Standart sapma			3.15	%GK-Standart sapma			0.81	%GK-Standart sapma			0.65	
n			20	n			20	n			20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.705	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.180	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.146	
Ui			0.705	Ui			0.180	Ui			0.146	
t deneysel			0.874	t deneysel			1.485	t deneysel			0.730	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN			
AI (mg/L)		0.088	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.140	104.00 uygun
	2	0.141	104.95 uygun
	3	0.138	100.22 uygun
	4	0.137	97.16 uygun
	5	0.136	96.01 uygun
	6	0.139	102.50 uygun
	7	0.140	104.04 uygun
	8	0.138	100.25 uygun
	9	0.139	101.74 uygun
	10	0.138	99.05 uygun
Analizci 2	11	0.138	100.02 uygun
	12	0.138	100.23 uygun
	13	0.136	95.02 uygun
	14	0.137	96.78 uygun
	15	0.138	99.07 uygun
	16	0.137	98.50 uygun
	17	0.138	100.22 uygun
	18	0.139	101.94 uygun
	19	0.140	103.66 uygun
	20	0.141	104.92 uygun
%GK-Ortalama		100.51	
%GK-Standart sapma		2.95	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.660	
Ui		0.660	
t deneysel		0.778	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
AI (mg/L)		0.088	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.587	99.80 uygun
	2	0.590	100.37 uygun
	3	0.588	99.95 uygun
	4	0.587	99.72 uygun
	5	0.585	99.28 uygun
	6	0.583	98.96 uygun
	7	0.587	99.80 uygun
	8	0.588	99.98 uygun
	9	0.589	100.20 uygun
	10	0.589	100.14 uygun
Analizci 2	11	0.587	99.76 uygun
	12	0.586	99.56 uygun
	13	0.585	99.37 uygun
	14	0.585	99.28 uygun
	15	0.583	98.98 uygun
	16	0.587	99.69 uygun
	17	0.589	100.14 uygun
	18	0.590	100.33 uygun
	19	0.587	99.76 uygun
	20	0.588	99.95 uygun
%GK-Ortalama		99.75	
%GK-Standart sapma		0.41	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.092	
Ui		0.092	
t deneysel		2.701	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
AI (mg/L)		0.088	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.089	100.04 uygun
	2	2.087	99.95 uygun
	3	2.083	99.74 uygun
	4	2.084	99.77 uygun
	5	2.085	99.82 uygun
	6	2.091	100.12 uygun
	7	2.092	100.19 uygun
	8	2.086	99.87 uygun
	9	2.085	99.82 uygun
	10	2.083	99.72 uygun
Analizci 2	11	2.084	99.77 uygun
	12	2.086	99.87 uygun
	13	2.087	99.92 uygun
	14	2.085	99.82 uygun
	15	2.084	99.77 uygun
	16	2.081	99.65 uygun
	17	2.083	99.72 uygun
	18	2.087	99.95 uygun
	19	2.090	100.10 uygun
	20	2.092	100.16 uygun
%GK-Ortalama		99.89	
%GK-Standart sapma		0.16	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.036	
Ui		0.036	
t deneysel		3.153	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN				GIDA TÜRÜ: UN				GIDA TÜRÜ: UN				
<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.074</b>		<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.074</b>		<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.074</b>		
<b>Eklene (mg/L): 0.050</b>				<b>Eklene (mg/L): 0.500</b>				<b>Eklene (mg/L): 2.000</b>				
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk	
Analizci 1	1	0.126	104.03	uygun	1	0.569	99.00	uygun	1	2.076	100.10	uygun
	2	0.123	97.10	uygun	2	0.560	97.26	uygun	2	2.071	99.85	uygun
	3	0.123	98.45	uygun	3	0.556	96.45	uygun	3	2.072	99.90	uygun
	4	0.124	100.19	uygun	4	0.575	100.12	uygun	4	2.073	99.96	uygun
	5	0.125	101.97	uygun	5	0.581	101.32	uygun	5	2.071	99.82	uygun
	6	0.126	104.07	uygun	6	0.579	100.94	uygun	6	2.077	100.12	uygun
	7	0.127	104.99	uygun	7	0.573	99.74	uygun	7	2.073	99.95	uygun
	8	0.127	104.94	uygun	8	0.576	100.33	uygun	8	2.073	99.92	uygun
	9	0.126	103.67	uygun	9	0.577	100.51	uygun	9	2.066	99.59	uygun
	10	0.124	99.02	uygun	10	0.580	101.09	uygun	10	2.083	100.45	uygun
Analizci 2	11	0.123	97.67	uygun	11	0.571	99.35	uygun	11	2.071	99.82	uygun
	12	0.123	96.71	uygun	12	0.572	99.58	uygun	12	2.078	100.22	uygun
	13	0.127	104.81	uygun	13	0.573	99.74	uygun	13	2.071	99.85	uygun
	14	0.127	104.93	uygun	14	0.574	99.93	uygun	14	2.072	99.89	uygun
	15	0.127	104.94	uygun	15	0.575	100.16	uygun	15	2.074	100.00	uygun
	16	0.125	101.98	uygun	16	0.572	99.58	uygun	16	2.072	99.90	uygun
	17	0.124	98.84	uygun	17	0.571	99.47	uygun	17	2.072	99.87	uygun
	18	0.122	95.03	uygun	18	0.566	98.38	uygun	18	2.076	100.09	uygun
	19	0.123	96.71	uygun	19	0.562	97.60	uygun	19	2.080	100.30	uygun
	20	0.123	98.45	uygun	20	0.576	100.32	uygun	20	2.072	99.88	uygun
%GK-Ortalama			100.93	%GK-Ortalama			99.54	%GK-Ortalama			99.97	
%GK-Standart sapma			3.44	%GK-Standart sapma			1.27	%GK-Standart sapma			0.19	
n			20	n			20	n			20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.770	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.285	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.043	
Ui			0.770	Ui			0.285	Ui			0.043	
t deneysel			1.202	t deneysel			1.605	t deneysel			0.592	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Cd</b> (mg/L)		<b>0.000</b>	
Eklenen (mg/L): <b>0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.052	104.43 uygun
	2	0.050	99.11 uygun
	3	0.051	102.45 uygun
	4	0.049	97.11 uygun
	5	0.048	96.44 uygun
	6	0.050	100.44 uygun
	7	0.051	102.45 uygun
	8	0.052	104.97 uygun
	9	0.048	95.11 uygun
	10	0.048	95.04 uygun
Analizci 2	11	0.052	104.99 uygun
	12	0.051	102.45 uygun
	13	0.048	95.02 uygun
	14	0.050	99.10 uygun
	15	0.049	97.10 uygun
	16	0.052	104.66 uygun
	17	0.049	97.99 uygun
	18	0.048	95.11 uygun
	19	0.051	102.46 uygun
	20	0.050	100.91 uygun
%GK-Ortalama		99.87	
%GK-Standart sapma		3.61	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.808	
Ui		0.808	
t deneysel		0.165	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Cd</b> (mg/L)		<b>0.000</b>	
Eklenen (mg/L): <b>0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.502	100.47 uygun
	2	0.498	99.60 uygun
	3	0.496	99.24 uygun
	4	0.500	100.04 uygun
	5	0.501	100.24 uygun
	6	0.500	99.90 uygun
	7	0.499	99.81 uygun
	8	0.498	99.51 uygun
	9	0.496	99.25 uygun
	10	0.493	98.64 uygun
Analizci 2	11	0.501	100.25 uygun
	12	0.502	100.45 uygun
	13	0.498	99.51 uygun
	14	0.498	99.58 uygun
	15	0.494	98.81 uygun
	16	0.496	99.27 uygun
	17	0.503	100.65 uygun
	18	0.501	100.25 uygun
	19	0.489	97.87 uygun
	20	0.491	98.24 uygun
%GK-Ortalama		99.58	
%GK-Standart sapma		0.76	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.170	
Ui		0.170	
t deneysel		2.484	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Cd</b> (mg/L)		<b>0.000</b>	
Eklenen (mg/L): <b>2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.998	99.91 uygun
	2	1.996	99.82 uygun
	3	1.998	99.88 uygun
	4	2.002	100.11 uygun
	5	2.016	100.78 uygun
	6	1.995	99.73 uygun
	7	1.993	99.66 uygun
	8	1.991	99.55 uygun
	9	1.979	98.93 uygun
	10	1.967	98.33 uygun
Analizci 2	11	2.011	100.56 uygun
	12	2.002	100.11 uygun
	13	2.022	101.11 uygun
	14	1.991	99.53 uygun
	15	1.980	98.99 uygun
	16	1.990	99.48 uygun
	17	1.995	99.77 uygun
	18	2.011	100.56 uygun
	19	1.992	99.60 uygun
	20	1.996	99.82 uygun
%GK-Ortalama		99.81	
%GK-Standart sapma		0.65	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.144	
Ui		0.144	
t deneysel		1.307	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.048	95.50 uygun
	2	0.052	104.66 uygun
	3	0.048	95.11 uygun
	4	0.048	95.02 uygun
	5	0.051	102.45 uygun
	6	0.048	96.00 uygun
	7	0.049	98.44 uygun
	8	0.052	104.22 uygun
	9	0.049	98.00 uygun
	10	0.048	95.05 uygun
Analizci 2	11	0.051	102.00 uygun
	12	0.052	104.66 uygun
	13	0.052	104.96 uygun
	14	0.050	100.44 uygun
	15	0.052	104.88 uygun
	16	0.050	99.10 uygun
	17	0.051	102.45 uygun
	18	0.052	104.93 uygun
	19	0.050	100.44 uygun
	20	0.051	102.45 uygun
%GK-Ortalama		100.54	
%GK-Standart sapma		3.75	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.839	
Ui		0.839	
t deneysel		0.644	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.502	100.44 uygun
	2	0.500	100.03 uygun
	3	0.496	99.11 uygun
	4	0.492	98.43 uygun
	5	0.489	97.79 uygun
	6	0.478	95.57 uygun
	7	0.491	98.24 uygun
	8	0.498	99.51 uygun
	9	0.495	99.07 uygun
	10	0.501	100.24 uygun
Analizci 2	11	0.500	99.91 uygun
	12	0.499	99.80 uygun
	13	0.501	100.24 uygun
	14	0.502	100.42 uygun
	15	0.489	97.87 uygun
	16	0.492	98.42 uygun
	17	0.488	97.64 uygun
	18	0.497	99.40 uygun
	19	0.498	99.66 uygun
	20	0.501	100.17 uygun
%GK-Ortalama		99.10	
%GK-Standart sapma		1.24	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.278	
Ui		0.278	
t deneysel		3.240	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.995	99.77 uygun
	2	1.997	99.86 uygun
	3	1.991	99.53 uygun
	4	1.980	98.98 uygun
	5	1.967	98.33 uygun
	6	1.994	99.71 uygun
	7	2.001	100.06 uygun
	8	2.010	100.51 uygun
	9	1.996	99.80 uygun
	10	1.996	99.82 uygun
Analizci 2	11	2.010	100.51 uygun
	12	1.999	99.96 uygun
	13	1.980	98.98 uygun
	14	1.986	99.32 uygun
	15	1.991	99.53 uygun
	16	1.990	99.50 uygun
	17	1.975	98.76 uygun
	18	2.032	101.61 uygun
	19	2.001	100.06 uygun
	20	2.006	100.28 uygun
%GK-Ortalama		99.74	
%GK-Standart sapma		0.71	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.160	
Ui		0.160	
t deneysel		1.611	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Ni (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.052	104.22 uygun
	2	0.051	102.45 uygun
	3	0.049	97.10 uygun
	4	0.048	95.04 uygun
	5	0.048	95.13 uygun
	6	0.052	104.98 uygun
	7	0.052	104.98 uygun
	8	0.051	102.45 uygun
	9	0.050	99.10 uygun
	10	0.048	95.77 uygun
Analizci 2	11	0.050	100.24 uygun
	12	0.048	95.44 uygun
	13	0.050	100.64 uygun
	14	0.052	104.45 uygun
	15	0.052	104.98 uygun
	16	0.048	95.00 uygun
	17	0.049	97.11 uygun
	18	0.050	99.99 uygun
	19	0.050	100.24 uygun
	20	0.051	101.51 uygun
%GK-Ortalama		100.04	
%GK-Standart sapma		3.67	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.821	
Ui		0.821	
t deneysel		0.052	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Ni (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.500	100.02 uygun
	2	0.501	100.24 uygun
	3	0.497	99.31 uygun
	4	0.489	97.70 uygun
	5	0.484	96.84 uygun
	6	0.492	98.44 uygun
	7	0.495	99.04 uygun
	8	0.499	99.73 uygun
	9	0.500	100.02 uygun
	10	0.502	100.47 uygun
Analizci 2	11	0.495	99.06 uygun
	12	0.496	99.27 uygun
	13	0.491	98.11 uygun
	14	0.489	97.80 uygun
	15	0.491	98.24 uygun
	16	0.500	100.02 uygun
	17	0.501	100.24 uygun
	18	0.499	99.84 uygun
	19	0.496	99.22 uygun
	20	0.499	99.87 uygun
%GK-Ortalama		99.18	
%GK-Standart sapma		1.01	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.226	
Ui		0.226	
t deneysel		3.645	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Ni (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.991	99.56 uygun
	2	1.995	99.75 uygun
	3	1.997	99.86 uygun
	4	2.011	100.56 uygun
	5	2.016	100.78 uygun
	6	2.001	100.07 uygun
	7	1.998	99.91 uygun
	8	1.990	99.51 uygun
	9	1.981	99.05 uygun
	10	1.973	98.66 uygun
Analizci 2	11	2.001	100.06 uygun
	12	2.012	100.61 uygun
	13	1.995	99.76 uygun
	14	1.981	99.06 uygun
	15	1.992	99.60 uygun
	16	1.996	99.82 uygun
	17	1.999	99.97 uygun
	18	1.998	99.91 uygun
	19	2.003	100.16 uygun
	20	2.022	101.11 uygun
%GK-Ortalama		99.89	
%GK-Standart sapma		0.59	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.132	
Ui		0.132	
t deneysel		0.843	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.052	104.96 uygun
	2	0.048	95.10 uygun
	3	0.049	97.04 uygun
	4	0.052	104.42 uygun
	5	0.052	103.11 uygun
	6	0.050	99.10 uygun
	7	0.049	97.05 uygun
	8	0.051	102.45 uygun
	9	0.048	95.04 uygun
	10	0.048	95.58 uygun
Analizci 2	11	0.052	104.23 uygun
	12	0.052	104.24 uygun
	13	0.049	97.91 uygun
	14	0.049	98.40 uygun
	15	0.048	95.02 uygun
	16	0.049	97.75 uygun
	17	0.050	100.42 uygun
	18	0.050	100.58 uygun
	19	0.052	104.89 uygun
	20	0.052	104.92 uygun
%GK-Ortalama		100.11	
%GK-Standart sapma		3.75	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.839	
Ui		0.839	
t deneysel		0.133	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.501	100.24 uygun
	2	0.503	100.64 uygun
	3	0.505	101.04 uygun
	4	0.508	101.51 uygun
	5	0.495	99.05 uygun
	6	0.488	97.57 uygun
	7	0.496	99.26 uygun
	8	0.499	99.70 uygun
	9	0.503	100.65 uygun
	10	0.512	102.42 uygun
Analizci 2	11	0.505	101.04 uygun
	12	0.506	101.24 uygun
	13	0.485	97.05 uygun
	14	0.492	98.42 uygun
	15	0.490	97.93 uygun
	16	0.502	100.42 uygun
	17	0.506	101.24 uygun
	18	0.495	99.04 uygun
	19	0.499	99.84 uygun
	20	0.500	100.06 uygun
%GK-Ortalama		99.92	
%GK-Standart sapma		1.42	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.317	
Ui		0.317	
t deneysel		0.250	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklene (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.021	101.06 uygun
	2	2.002	100.11 uygun
	3	2.015	100.73 uygun
	4	1.997	99.83 uygun
	5	1.996	99.81 uygun
	6	1.986	99.28 uygun
	7	1.985	99.27 uygun
	8	2.012	100.61 uygun
	9	2.001	100.07 uygun
	10	2.021	101.06 uygun
Analizci 2	11	2.004	100.18 uygun
	12	2.011	100.57 uygun
	13	1.995	99.76 uygun
	14	1.996	99.82 uygun
	15	1.933	96.63 uygun
	16	1.997	99.87 uygun
	17	2.011	100.56 uygun
	18	1.994	99.71 uygun
	19	1.998	99.89 uygun
	20	2.013	100.66 uygun
%GK-Ortalama		99.97	
%GK-Standart sapma		0.94	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.211	
Ui		0.211	
t deneysel		0.121	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 7. Un matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Cr (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.052	104.42 uygun
	2	0.052	104.98 uygun
	3	0.051	102.00 uygun
	4	0.050	100.44 uygun
	5	0.050	99.10 uygun
	6	0.049	98.20 uygun
	7	0.048	95.91 uygun
	8	0.048	95.05 uygun
	9	0.049	97.71 uygun
	10	0.048	95.11 uygun
Analizci 2	11	0.050	99.04 uygun
	12	0.050	100.64 uygun
	13	0.051	102.44 uygun
	14	0.052	104.22 uygun
	15	0.052	104.89 uygun
	16	0.048	95.44 uygun
	17	0.048	95.09 uygun
	18	0.052	104.96 uygun
	19	0.051	101.93 uygun
	20	0.049	97.99 uygun
%GK-Ortalama		99.98	
%GK-Standart sapma		3.62	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.810	
Ui		0.810	
t deneysel		0.025	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Cr (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.501	100.24 uygun
	2	0.500	100.07 uygun
	3	0.500	99.90 uygun
	4	0.492	98.40 uygun
	5	0.483	96.51 uygun
	6	0.496	99.13 uygun
	7	0.500	100.06 uygun
	8	0.501	100.24 uygun
	9	0.490	98.05 uygun
	10	0.498	99.60 uygun
Analizci 2	11	0.480	95.93 uygun
	12	0.488	97.64 uygun
	13	0.500	100.02 uygun
	14	0.501	100.13 uygun
	15	0.485	97.04 uygun
	16	0.490	98.07 uygun
	17	0.495	99.01 uygun
	18	0.496	99.20 uygun
	19	0.492	98.41 uygun
	20	0.481	96.22 uygun
%GK-Ortalama		98.69	
%GK-Standart sapma		1.43	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.319	
Ui		0.319	
t deneysel		4.095	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: UN			
<b>Cr (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklene (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.011	100.56 uygun
	2	2.002	100.12 uygun
	3	1.995	99.76 uygun
	4	1.997	99.85 uygun
	5	1.999	99.93 uygun
	6	2.002	100.11 uygun
	7	2.066	103.28 uygun
	8	2.021	101.06 uygun
	9	1.995	99.76 uygun
	10	1.995	99.73 uygun
Analizci 2	11	2.012	100.61 uygun
	12	1.996	99.81 uygun
	13	1.980	98.98 uygun
	14	2.001	100.07 uygun
	15	1.995	99.76 uygun
	16	1.999	99.93 uygun
	17	1.991	99.53 uygun
	18	1.962	98.11 uygun
	19	1.995	99.76 uygun
	20	2.003	100.16 uygun
%GK-Ortalama		100.04	
%GK-Standart sapma		0.97	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.216	
Ui		0.216	
t deneysel		0.200	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matrisinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verileri

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Ca (mg/L)		3.424	
Eklene (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	3.476	103.55 uygun
	2	3.476	104.91 uygun
	3	3.476	104.94 uygun
	4	3.474	100.69 uygun
	5	3.472	96.41 uygun
	6	3.475	101.97 uygun
	7	3.472	95.04 uygun
	8	3.472	95.06 uygun
	9	3.475	101.97 uygun
	10	3.474	100.70 uygun
Analizci 2	11	3.476	103.73 uygun
	12	3.476	104.98 uygun
	13	3.474	99.61 uygun
	14	3.472	95.84 uygun
	15	3.473	97.53 uygun
	16	3.474	99.26 uygun
	17	3.476	104.80 uygun
	18	3.475	101.97 uygun
	19	3.474	100.70 uygun
	20	3.472	96.41 uygun
%GK-Ortalama		100.50	
%GK-Standart sapma		3.48	
n		20	
U <sub>x</sub> =Standart sapma/√n		0.777	
U <sub>i</sub>		0.777	
t deneysel		0.649	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise U <sub>x</sub> , t ≥ t(kritik) ise U <sub>i</sub> kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Ca (mg/L)		3.424	
Eklene (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	3.926	100.36 uygun
	2	3.924	100.07 uygun
	3	3.923	99.74 uygun
	4	3.921	99.35 uygun
	5	3.918	98.81 uygun
	6	3.920	99.25 uygun
	7	3.916	98.42 uygun
	8	3.925	100.20 uygun
	9	3.923	99.74 uygun
	10	3.920	99.21 uygun
Analizci 2	11	3.926	100.37 uygun
	12	3.923	99.79 uygun
	13	3.920	99.21 uygun
	14	3.924	100.07 uygun
	15	3.925	100.23 uygun
	16	3.919	99.08 uygun
	17	3.921	99.44 uygun
	18	3.925	100.20 uygun
	19	3.926	100.47 uygun
	20	3.923	99.79 uygun
%GK-Ortalama		99.69	
%GK-Standart sapma		0.57	
n		20	
U <sub>x</sub> =Standart sapma/√n		0.128	
U <sub>i</sub>		0.128	
t deneysel		2.439	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise U <sub>x</sub> , t ≥ t(kritik) ise U <sub>i</sub> kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Ca (mg/L)		3.424	
Eklene (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	5.423	99.97 uygun
	2	5.426	100.11 uygun
	3	5.428	100.19 uygun
	4	5.422	99.88 uygun
	5	5.422	99.89 uygun
	6	5.419	99.76 uygun
	7	5.430	100.28 uygun
	8	5.424	100.00 uygun
	9	5.406	99.08 uygun
	10	5.410	99.29 uygun
Analizci 2	11	5.399	98.74 uygun
	12	5.414	99.50 uygun
	13	5.418	99.71 uygun
	14	5.427	100.15 uygun
	15	5.406	99.10 uygun
	16	5.414	99.51 uygun
	17	5.430	100.28 uygun
	18	5.423	99.94 uygun
	19	5.426	100.10 uygun
	20	5.410	99.30 uygun
%GK-Ortalama		99.74	
%GK-Standart sapma		0.45	
n		20	
U <sub>x</sub> =Standart sapma/√n		0.100	
U <sub>i</sub>		0.100	
t deneysel		2.629	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise U <sub>x</sub> , t ≥ t(kritik) ise U <sub>i</sub> kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK				GIDA TÜRÜ: BALIK				GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>Mg (mg/L)</b>		<b>2.784</b>		<b>Mg (mg/L)</b>		<b>2.784</b>		<b>Mg (mg/L)</b>		<b>2.784</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.050</b>				<b>Eklene (mg/L): 0.500</b>				<b>Eklene (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.837	104.64 uygun	Analizci 1	1	3.285	100.18 uygun	Analizci 1	1	4.755	98.55 uygun
	2	2.837	104.96 uygun		2	3.280	99.18 uygun		2	4.759	98.71 uygun
	3	2.832	95.10 uygun		3	3.281	99.38 uygun		3	4.756	98.60 uygun
	4	2.835	101.84 uygun		4	3.282	99.54 uygun		4	4.771	99.35 uygun
	5	2.837	104.91 uygun		5	3.283	99.79 uygun		5	4.776	99.60 uygun
	6	2.835	101.45 uygun		6	3.278	98.64 uygun		6	4.780	99.80 uygun
	7	2.832	95.40 uygun		7	3.275	98.18 uygun		7	4.800	100.80 uygun
	8	2.837	104.84 uygun		8	3.271	97.25 uygun		8	4.780	99.77 uygun
	9	2.836	103.84 uygun		9	3.278	98.64 uygun		9	4.791	100.34 uygun
	10	2.835	101.41 uygun		10	3.271	97.34 uygun		10	4.775	99.55 uygun
Analizci 2	11	2.833	97.85 uygun	Analizci 2	11	3.270	97.12 uygun	Analizci 2	11	4.761	98.85 uygun
	12	2.832	95.01 uygun		12	3.277	98.58 uygun		12	4.766	99.09 uygun
	13	2.832	95.80 uygun		13	3.281	99.34 uygun		13	4.765	99.04 uygun
	14	2.833	97.80 uygun		14	3.286	100.41 uygun		14	4.759	98.73 uygun
	15	2.834	99.40 uygun		15	3.284	99.98 uygun		15	4.761	98.85 uygun
	16	2.835	101.85 uygun		16	3.285	100.18 uygun		16	4.778	99.67 uygun
	17	2.837	104.84 uygun		17	3.281	99.25 uygun		17	4.780	99.80 uygun
	18	2.837	104.58 uygun		18	3.274	97.98 uygun		18	4.782	99.89 uygun
	19	2.837	104.96 uygun		19	3.271	97.34 uygun		19	4.785	100.05 uygun
	20	2.833	97.45 uygun		20	3.267	96.45 uygun		20	4.785	100.05 uygun
%GK-Ortalama			100.90	%GK-Ortalama			98.74	%GK-Ortalama			99.45
%GK-Standart sapma			3.81	%GK-Standart sapma			1.18	%GK-Standart sapma			0.63
n			20	n			20	n			20
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.853	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.263	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.141
Ui			0.853	Ui			0.263	Ui			0.141
t deneysel			1.052	t deneysel			4.785	t deneysel			3.882
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK				GIDA TÜRÜ: BALIK				GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>K</b> (mg/L)		<b>1.774</b>		<b>K</b> (mg/L)		<b>1.774</b>		<b>K</b> (mg/L)		<b>1.774</b>	
Eklenen (mg/L): <b>0.050</b>				Eklenen (mg/L): <b>0.500</b>				Eklenen (mg/L): <b>2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.827	104.94 uygun	Analizci 1	1	2.272	99.56 uygun	Analizci 1	1	3.759	99.22 uygun
	2	1.825	102.00 uygun		2	2.275	100.20 uygun		2	3.751	98.85 uygun
	3	1.822	96.05 uygun		3	2.270	99.21 uygun		3	3.739	98.22 uygun
	4	1.824	100.42 uygun		4	2.266	98.26 uygun		4	3.730	97.77 uygun
	5	1.822	95.03 uygun		5	2.260	97.22 uygun		5	3.726	97.59 uygun
	6	1.825	101.82 uygun		6	2.261	97.37 uygun		6	3.756	99.10 uygun
	7	1.827	104.90 uygun		7	2.256	96.29 uygun		7	3.740	98.27 uygun
	8	1.826	102.92 uygun		8	2.260	97.12 uygun		8	3.745	98.54 uygun
	9	1.827	104.95 uygun		9	2.274	99.96 uygun		9	3.756	99.09 uygun
	10	1.822	95.05 uygun		10	2.271	99.29 uygun		10	3.765	99.56 uygun
Analizci 2	11	1.823	98.05 uygun	Analizci 2	11	2.264	98.00 uygun	Analizci 2	11	3.770	99.78 uygun
	12	1.824	100.05 uygun		12	2.262	97.61 uygun		12	3.775	100.05 uygun
	13	1.827	104.85 uygun		13	2.269	99.00 uygun		13	3.771	99.84 uygun
	14	1.827	104.97 uygun		14	2.271	99.41 uygun		14	3.769	99.72 uygun
	15	1.827	104.98 uygun		15	2.275	100.21 uygun		15	3.762	99.40 uygun
	16	1.827	104.98 uygun		16	2.276	100.41 uygun		16	3.769	99.74 uygun
	17	1.824	98.70 uygun		17	2.270	99.21 uygun		17	3.762	99.39 uygun
	18	1.826	102.70 uygun		18	2.265	98.20 uygun		18	3.765	99.55 uygun
	19	1.827	104.99 uygun		19	2.260	97.07 uygun		19	3.772	99.90 uygun
	20	1.827	104.93 uygun		20	2.255	96.12 uygun		20	3.775	100.04 uygun
%GK-Ortalama			101.86	%GK-Ortalama			98.49	%GK-Ortalama			99.18
%GK-Standart sapma			3.58	%GK-Standart sapma			1.34	%GK-Standart sapma			0.75
n			20	n			20	n			20
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.802	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.299	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.167
Ui			0.802	Ui			0.299	Ui			0.167
t deneysel			2.326	t deneysel			5.060	t deneysel			4.908
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Fe (mg/L)		0.222	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.272	99.85 uygun
	2	0.273	103.19 uygun
	3	0.274	104.86 uygun
	4	0.274	105.00 uygun
	5	0.273	102.18 uygun
	6	0.274	104.08 uygun
	7	0.270	96.51 uygun
	8	0.272	101.52 uygun
	9	0.273	103.19 uygun
	10	0.274	104.99 uygun
Analizci 2	11	0.273	103.56 uygun
	12	0.274	104.97 uygun
	13	0.274	104.99 uygun
	14	0.274	104.95 uygun
	15	0.272	101.51 uygun
	16	0.271	98.17 uygun
	17	0.271	99.28 uygun
	18	0.274	104.98 uygun
	19	0.274	104.97 uygun
	20	0.273	102.81 uygun
%GK-Ortalama		102.78	
%GK-Standart sapma		2.57	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.575	
Ui		0.575	
t deneysel		4.832	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Fe (mg/L)		0.222	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.716	98.79 uygun
	2	0.715	98.60 uygun
	3	0.719	99.53 uygun
	4	0.720	99.72 uygun
	5	0.725	100.61 uygun
	6	0.724	100.46 uygun
	7	0.721	99.96 uygun
	8	0.716	98.94 uygun
	9	0.717	99.16 uygun
	10	0.719	99.53 uygun
Analizci 2	11	0.720	99.68 uygun
	12	0.722	100.14 uygun
	13	0.722	100.08 uygun
	14	0.716	98.94 uygun
	15	0.718	99.34 uygun
	16	0.719	99.49 uygun
	17	0.722	100.15 uygun
	18	0.724	100.46 uygun
	19	0.726	100.81 uygun
	20	0.716	98.79 uygun
%GK-Ortalama		99.66	
%GK-Standart sapma		0.66	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.148	
Ui		0.148	
t deneysel		2.308	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Fe (mg/L)		0.222	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.222	100.01 uygun
	2	2.215	99.69 uygun
	3	2.210	99.42 uygun
	4	2.214	99.62 uygun
	5	2.223	100.06 uygun
	6	2.224	100.14 uygun
	7	2.214	99.63 uygun
	8	2.219	99.84 uygun
	9	2.220	99.91 uygun
	10	2.224	100.10 uygun
Analizci 2	11	2.219	99.86 uygun
	12	2.216	99.70 uygun
	13	2.223	100.06 uygun
	14	2.214	99.63 uygun
	15	2.213	99.57 uygun
	16	2.214	99.63 uygun
	17	2.218	99.80 uygun
	18	2.220	99.91 uygun
	19	2.223	100.07 uygun
	20	2.225	100.18 uygun
%GK-Ortalama		99.84	
%GK-Standart sapma		0.22	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.049	
Ui		0.049	
t deneysel		3.210	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.115</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.168	104.96 uygun
	2	0.167	103.68 uygun
	3	0.168	105.00 uygun
	4	0.168	104.98 uygun
	5	0.167	103.68 uygun
	6	0.168	104.95 uygun
	7	0.163	95.13 uygun
	8	0.165	100.26 uygun
	9	0.167	103.69 uygun
	10	0.168	104.93 uygun
Analizci 2	11	0.167	103.69 uygun
	12	0.163	95.16 uygun
	13	0.163	95.05 uygun
	14	0.168	104.94 uygun
	15	0.163	95.03 uygun
	16	0.167	102.53 uygun
	17	0.165	98.60 uygun
	18	0.165	100.26 uygun
	19	0.166	102.36 uygun
	20	0.168	104.96 uygun
%GK-Ortalama		101.69	
%GK-Standart sapma		3.84	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.858	
Ui		0.858	
t deneysel		1.972	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.115</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.607	98.43 uygun
	2	0.611	99.19 uygun
	3	0.613	99.57 uygun
	4	0.616	100.14 uygun
	5	0.615	99.95 uygun
	6	0.616	100.20 uygun
	7	0.617	100.36 uygun
	8	0.618	100.53 uygun
	9	0.619	100.72 uygun
	10	0.620	100.97 uygun
Analizci 2	11	0.617	100.40 uygun
	12	0.615	99.95 uygun
	13	0.613	99.57 uygun
	14	0.614	99.73 uygun
	15	0.612	99.38 uygun
	16	0.611	99.19 uygun
	17	0.608	98.62 uygun
	18	0.607	98.43 uygun
	19	0.613	99.55 uygun
	20	0.614	99.73 uygun
%GK-Ortalama		99.73	
%GK-Standart sapma		0.72	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.161	
Ui		0.161	
t deneysel		1.671	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.115</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.121	100.27 uygun
	2	2.123	100.39 uygun
	3	2.116	100.05 uygun
	4	2.112	99.86 uygun
	5	2.108	99.63 uygun
	6	2.116	100.02 uygun
	7	2.122	100.35 uygun
	8	2.107	99.58 uygun
	9	2.110	99.73 uygun
	10	2.111	99.81 uygun
Analizci 2	11	2.113	99.87 uygun
	12	2.094	98.92 uygun
	13	2.103	99.36 uygun
	14	2.098	99.13 uygun
	15	2.102	99.36 uygun
	16	2.105	99.48 uygun
	17	2.112	99.86 uygun
	18	2.117	100.07 uygun
	19	2.122	100.35 uygun
	20	2.121	100.30 uygun
%GK-Ortalama		99.82	
%GK-Standart sapma		0.42	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.095	
Ui		0.095	
t deneysel		1.913	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Cu (mg/L)		0.040	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.092	104.20 uygun
	2	0.090	99.97 uygun
	3	0.088	97.04 uygun
	4	0.087	95.05 uygun
	5	0.088	95.84 uygun
	6	0.089	99.37 uygun
	7	0.089	97.57 uygun
	8	0.089	98.03 uygun
	9	0.091	102.43 uygun
	10	0.092	104.82 uygun
Analizci 2	11	0.091	102.25 uygun
	12	0.092	103.87 uygun
	13	0.092	104.48 uygun
	14	0.092	104.99 uygun
	15	0.092	104.96 uygun
	16	0.089	97.63 uygun
	17	0.088	96.85 uygun
	18	0.089	98.81 uygun
	19	0.090	100.61 uygun
	20	0.088	96.43 uygun
%GK-Ortalama		100.26	
%GK-Standart sapma		3.45	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.771	
Ui		0.771	
t deneysel		0.338	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Cu (mg/L)		0.040	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.535	99.02 uygun
	2	0.538	99.61 uygun
	3	0.540	100.00 uygun
	4	0.541	100.19 uygun
	5	0.542	100.36 uygun
	6	0.537	99.48 uygun
	7	0.535	99.02 uygun
	8	0.539	99.87 uygun
	9	0.540	100.00 uygun
	10	0.541	100.20 uygun
Analizci 2	11	0.535	99.02 uygun
	12	0.532	98.45 uygun
	13	0.535	99.02 uygun
	14	0.541	100.19 uygun
	15	0.542	100.35 uygun
	16	0.545	100.98 uygun
	17	0.542	100.41 uygun
	18	0.535	99.02 uygun
	19	0.530	98.05 uygun
	20	0.532	98.50 uygun
%GK-Ortalama		99.59	
%GK-Standart sapma		0.79	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.176	
Ui		0.176	
t deneysel		2.340	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Cu (mg/L)		0.040	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.041	100.05 uygun
	2	2.042	100.11 uygun
	3	2.038	99.93 uygun
	4	2.039	99.98 uygun
	5	2.042	100.10 uygun
	6	2.038	99.93 uygun
	7	2.045	100.26 uygun
	8	2.042	100.10 uygun
	9	2.045	100.26 uygun
	10	2.035	99.76 uygun
Analizci 2	11	2.033	99.66 uygun
	12	2.045	100.26 uygun
	13	2.040	100.01 uygun
	14	2.041	100.05 uygun
	15	2.042	100.10 uygun
	16	2.043	100.16 uygun
	17	2.035	99.76 uygun
	18	2.037	99.86 uygun
	19	2.039	99.95 uygun
	20	2.036	99.82 uygun
%GK-Ortalama		100.01	
%GK-Standart sapma		0.17	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.039	
Ui		0.039	
t deneysel		0.137	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK			
AI (mg/L)		0.054	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.091	96.84 uygun
	2	0.092	98.64 uygun
	3	0.091	95.06 uygun
	4	0.092	97.04 uygun
	5	0.092	98.64 uygun
	6	0.093	100.43 uygun
	7	0.094	102.22 uygun
	8	0.092	97.04 uygun
	9	0.091	95.06 uygun
	10	0.091	96.85 uygun
Analizci 2	11	0.092	98.28 uygun
	12	0.093	100.42 uygun
	13	0.092	98.44 uygun
	14	0.093	100.15 uygun
	15	0.094	101.92 uygun
	16	0.095	103.99 uygun
	17	0.096	104.99 uygun
	18	0.094	102.02 uygun
	19	0.095	103.61 uygun
	20	0.091	96.85 uygun
%GK-Ortalama		99.42	
%GK-Standart sapma		2.95	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.660	
Ui		0.660	
t deneysel		0.874	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
AI (mg/L)		0.054	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.544	100.28 uygun
	2	0.541	99.65 uygun
	3	0.542	99.78 uygun
	4	0.542	99.89 uygun
	5	0.543	100.06 uygun
	6	0.545	100.30 uygun
	7	0.542	99.80 uygun
	8	0.540	99.46 uygun
	9	0.544	100.26 uygun
	10	0.544	100.26 uygun
Analizci 2	11	0.542	99.87 uygun
	12	0.543	100.04 uygun
	13	0.544	100.28 uygun
	14	0.541	99.58 uygun
	15	0.543	99.93 uygun
	16	0.539	99.28 uygun
	17	0.535	98.32 uygun
	18	0.532	97.73 uygun
	19	0.534	98.12 uygun
	20	0.532	97.89 uygun
%GK-Ortalama		99.54	
%GK-Standart sapma		0.84	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.187	
Ui		0.187	
t deneysel		2.464	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
AI (mg/L)		0.054	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.045	100.07 uygun
	2	2.042	99.93 uygun
	3	2.040	99.87 uygun
	4	2.039	99.82 uygun
	5	2.046	100.12 uygun
	6	2.047	100.17 uygun
	7	2.041	99.88 uygun
	8	2.042	99.93 uygun
	9	2.050	100.32 uygun
	10	2.045	100.08 uygun
Analizci 2	11	2.040	99.86 uygun
	12	2.043	99.98 uygun
	13	2.045	100.10 uygun
	14	2.046	100.13 uygun
	15	2.049	100.32 uygun
	16	2.045	100.07 uygun
	17	2.041	99.92 uygun
	18	2.040	99.83 uygun
	19	2.040	99.87 uygun
	20	2.042	99.93 uygun
%GK-Ortalama		100.01	
%GK-Standart sapma		0.15	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.034	
Ui		0.034	
t deneysel		0.298	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.017</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.070	104.99 uygun
	2	0.067	99.51 uygun
	3	0.066	96.73 uygun
	4	0.066	98.00 uygun
	5	0.067	99.51 uygun
	6	0.068	101.40 uygun
	7	0.069	103.65 uygun
	8	0.070	104.94 uygun
	9	0.068	101.57 uygun
	10	0.070	104.97 uygun
Analizci 2	11	0.068	101.98 uygun
	12	0.067	99.95 uygun
	13	0.067	100.03 uygun
	14	0.068	102.04 uygun
	15	0.069	103.43 uygun
	16	0.070	104.99 uygun
	17	0.067	99.88 uygun
	18	0.067	98.62 uygun
	19	0.066	97.36 uygun
	20	0.065	95.61 uygun
%GK-Ortalama		100.96	
%GK-Standart sapma		2.92	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.652	
Ui		0.652	
t deneysel		1.469	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.017</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.521	100.72 uygun
	2	0.522	101.00 uygun
	3	0.517	99.95 uygun
	4	0.516	99.75 uygun
	5	0.515	99.62 uygun
	6	0.514	99.35 uygun
	7	0.517	99.95 uygun
	8	0.518	100.11 uygun
	9	0.519	100.35 uygun
	10	0.520	100.54 uygun
Analizci 2	11	0.521	100.74 uygun
	12	0.523	101.21 uygun
	13	0.524	101.34 uygun
	14	0.521	100.74 uygun
	15	0.518	100.15 uygun
	16	0.517	99.95 uygun
	17	0.519	100.35 uygun
	18	0.522	100.94 uygun
	19	0.517	99.95 uygun
	20	0.519	100.35 uygun
%GK-Ortalama		100.35	
%GK-Standart sapma		0.54	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.121	
Ui		0.121	
t deneysel		2.905	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.017</b>	
<b>Eklene (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.018	100.04 uygun
	2	2.017	99.99 uygun
	3	2.018	100.02 uygun
	4	2.016	99.94 uygun
	5	2.022	100.25 uygun
	6	2.016	99.94 uygun
	7	2.017	99.99 uygun
	8	2.015	99.89 uygun
	9	2.018	100.04 uygun
	10	2.021	100.19 uygun
Analizci 2	11	2.021	100.21 uygun
	12	2.015	99.91 uygun
	13	2.018	100.06 uygun
	14	2.019	100.09 uygun
	15	2.018	100.04 uygun
	16	2.020	100.14 uygun
	17	2.021	100.19 uygun
	18	2.015	99.89 uygun
	19	2.016	99.92 uygun
	20	2.013	99.81 uygun
%GK-Ortalama		100.03	
%GK-Standart sapma		0.12	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.027	
Ui		0.027	
t deneysel		0.972	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK				GIDA TÜRÜ: BALIK				GIDA TÜRÜ: BALIK				
Cd (mg/L)		0.000		Cd (mg/L)		0.000		Cd (mg/L)		0.000		
Eklenen (mg/L): 0.050				Eklenen (mg/L): 0.500				Eklenen (mg/L): 2.000				
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk	
Analizci 1	1	0.052	104.00	uygun	1	0.501	100.22	uygun	1	2.011	100.56	uygun
	2	0.050	100.44	uygun	2	0.495	99.04	uygun	2	2.021	101.06	uygun
	3	0.050	99.10	uygun	3	0.497	99.44	uygun	3	1.995	99.77	uygun
	4	0.049	97.05	uygun	4	0.499	99.84	uygun	4	1.992	99.61	uygun
	5	0.048	95.10	uygun	5	0.502	100.42	uygun	5	1.990	99.51	uygun
	6	0.052	104.99	uygun	6	0.500	100.04	uygun	6	1.981	99.05	uygun
	7	0.052	104.97	uygun	7	0.491	98.20	uygun	7	1.975	98.76	uygun
	8	0.048	95.05	uygun	8	0.493	98.65	uygun	8	1.992	99.61	uygun
	9	0.048	95.10	uygun	9	0.485	97.04	uygun	9	2.001	100.07	uygun
	10	0.048	95.03	uygun	10	0.495	99.04	uygun	10	2.010	100.51	uygun
Analizci 2	11	0.051	102.04	uygun	11	0.498	99.51	uygun	11	1.970	98.51	uygun
	12	0.052	104.00	uygun	12	0.499	99.84	uygun	12	1.969	98.43	uygun
	13	0.052	104.98	uygun	13	0.497	99.44	uygun	13	1.997	99.87	uygun
	14	0.052	104.96	uygun	14	0.500	100.04	uygun	14	1.994	99.71	uygun
	15	0.048	96.44	uygun	15	0.501	100.13	uygun	15	1.997	99.87	uygun
	16	0.048	95.08	uygun	16	0.501	100.22	uygun	16	2.003	100.16	uygun
	17	0.048	96.44	uygun	17	0.499	99.84	uygun	17	2.007	100.33	uygun
	18	0.049	98.44	uygun	18	0.489	97.84	uygun	18	2.021	101.06	uygun
	19	0.050	100.42	uygun	19	0.488	97.57	uygun	19	1.997	99.87	uygun
	20	0.051	102.01	uygun	20	0.495	99.04	uygun	20	1.995	99.77	uygun
%GK-Ortalama			99.78	%GK-Ortalama			99.27	%GK-Ortalama			99.80	
%GK-Standart sapma			3.96	%GK-Standart sapma			0.97	%GK-Standart sapma			0.73	
n			20	n			20	n			20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.885	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.216	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.163	
Ui			0.885	Ui			0.216	Ui			0.163	
t deneysel			0.245	t deneysel			3.366	t deneysel			1.200	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.052	104.44 uygun
	2	0.049	97.10 uygun
	3	0.048	96.42 uygun
	4	0.048	95.00 uygun
	5	0.052	104.96 uygun
	6	0.052	104.98 uygun
	7	0.052	104.66 uygun
	8	0.050	100.22 uygun
	9	0.048	95.77 uygun
	10	0.049	98.45 uygun
Analizci 2	11	0.052	104.99 uygun
	12	0.050	100.23 uygun
	13	0.049	98.41 uygun
	14	0.052	105.00 uygun
	15	0.049	98.44 uygun
	16	0.048	96.45 uygun
	17	0.048	95.18 uygun
	18	0.051	102.04 uygun
	19	0.051	102.05 uygun
	20	0.050	100.22 uygun
%GK-Ortalama		100.25	
%GK-Standart sapma		3.67	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.820	
Ui		0.820	
t deneysel		0.306	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.501	100.22 uygun
	2	0.495	99.04 uygun
	3	0.490	98.02 uygun
	4	0.497	99.44 uygun
	5	0.501	100.24 uygun
	6	0.500	100.05 uygun
	7	0.503	100.64 uygun
	8	0.502	100.45 uygun
	9	0.495	99.00 uygun
	10	0.497	99.45 uygun
Analizci 2	11	0.499	99.85 uygun
	12	0.500	100.04 uygun
	13	0.501	100.24 uygun
	14	0.499	99.80 uygun
	15	0.486	97.10 uygun
	16	0.492	98.42 uygun
	17	0.500	99.91 uygun
	18	0.499	99.84 uygun
	19	0.489	97.84 uygun
	20	0.490	97.99 uygun
%GK-Ortalama		99.38	
%GK-Standart sapma		1.01	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.225	
Ui		0.225	
t deneysel		2.754	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.001	100.06 uygun
	2	1.999	99.93 uygun
	3	1.995	99.76 uygun
	4	2.011	100.56 uygun
	5	1.994	99.71 uygun
	6	1.984	99.22 uygun
	7	1.991	99.55 uygun
	8	1.990	99.51 uygun
	9	1.995	99.77 uygun
	10	2.011	100.56 uygun
Analizci 2	11	1.996	99.82 uygun
	12	1.999	99.93 uygun
	13	1.987	99.35 uygun
	14	2.002	100.11 uygun
	15	2.007	100.33 uygun
	16	1.991	99.55 uygun
	17	1.987	99.36 uygun
	18	1.988	99.41 uygun
	19	1.994	99.70 uygun
	20	1.999	99.96 uygun
%GK-Ortalama		99.81	
%GK-Standart sapma		0.38	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.085	
Ui		0.085	
t deneysel		2.250	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matrisinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Ni (mg/L)		0.023	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.072	98.84 uygun
	2	0.073	100.72 uygun
	3	0.073	100.69 uygun
	4	0.074	102.55 uygun
	5	0.075	104.03 uygun
	6	0.073	100.70 uygun
	7	0.072	98.16 uygun
	8	0.072	97.55 uygun
	9	0.071	95.02 uygun
	10	0.071	95.03 uygun
Analizci 2	11	0.071	95.14 uygun
	12	0.072	97.00 uygun
	13	0.073	99.45 uygun
	14	0.073	100.69 uygun
	15	0.073	100.70 uygun
	16	0.074	102.34 uygun
	17	0.074	102.34 uygun
	18	0.076	104.97 uygun
	19	0.074	101.31 uygun
	20	0.072	98.22 uygun
%GK-Ortalama		99.77	
%GK-Standart sapma		2.88	
n		20	
U <sub>x</sub> =Standart sapma/√n		0.645	
U <sub>i</sub>		0.645	
t deneysel		0.353	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise U <sub>x</sub> , t ≥ t(kritik) ise U <sub>i</sub> kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Ni (mg/L)		0.023	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.522	99.88 uygun
	2	0.524	100.10 uygun
	3	0.524	100.28 uygun
	4	0.525	100.48 uygun
	5	0.526	100.63 uygun
	6	0.524	100.28 uygun
	7	0.522	99.75 uygun
	8	0.523	99.95 uygun
	9	0.524	100.10 uygun
	10	0.522	99.82 uygun
Analizci 2	11	0.522	99.75 uygun
	12	0.521	99.62 uygun
	13	0.523	99.90 uygun
	14	0.523	99.97 uygun
	15	0.524	100.17 uygun
	16	0.523	100.04 uygun
	17	0.522	99.75 uygun
	18	0.524	100.10 uygun
	19	0.522	99.82 uygun
	20	0.522	99.82 uygun
%GK-Ortalama		100.01	
%GK-Standart sapma		0.26	
n		20	
U <sub>x</sub> =Standart sapma/√n		0.058	
U <sub>i</sub>		0.058	
t deneysel		0.205	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise U <sub>x</sub> , t ≥ t(kritik) ise U <sub>i</sub> kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Ni (mg/L)		0.023	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.022	99.97 uygun
	2	2.023	100.01 uygun
	3	2.026	100.16 uygun
	4	2.025	100.11 uygun
	5	2.026	100.15 uygun
	6	2.024	100.06 uygun
	7	2.023	100.01 uygun
	8	2.023	99.98 uygun
	9	2.022	99.95 uygun
	10	2.022	99.93 uygun
Analizci 2	11	2.023	99.98 uygun
	12	2.022	99.93 uygun
	13	2.021	99.90 uygun
	14	2.024	100.04 uygun
	15	2.024	100.06 uygun
	16	2.024	100.06 uygun
	17	2.024	100.04 uygun
	18	2.024	100.03 uygun
	19	2.022	99.96 uygun
	20	2.021	99.91 uygun
%GK-Ortalama		100.01	
%GK-Standart sapma		0.08	
n		20	
U <sub>x</sub> =Standart sapma/√n		0.017	
U <sub>i</sub>		0.017	
t deneysel		0.770	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise U <sub>x</sub> , t ≥ t(kritik) ise U <sub>i</sub> kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.059</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.110	102.84 uygun
	2	0.111	104.22 uygun
	3	0.112	104.95 uygun
	4	0.110	101.07 uygun
	5	0.108	97.16 uygun
	6	0.107	95.40 uygun
	7	0.109	99.32 uygun
	8	0.110	101.67 uygun
	9	0.111	103.62 uygun
	10	0.107	95.79 uygun
Analizci 2	11	0.108	97.74 uygun
	12	0.109	99.32 uygun
	13	0.110	101.27 uygun
	14	0.110	101.85 uygun
	15	0.111	104.60 uygun
	16	0.111	104.90 uygun
	17	0.112	104.96 uygun
	18	0.108	97.15 uygun
	19	0.108	97.69 uygun
	20	0.109	99.14 uygun
%GK-Ortalama		100.73	
%GK-Standart sapma		3.23	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.723	
Ui		0.723	
t deneysel		1.014	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.059</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.560	100.28 uygun
	2	0.559	100.09 uygun
	3	0.559	100.06 uygun
	4	0.557	99.50 uygun
	5	0.558	99.76 uygun
	6	0.559	99.90 uygun
	7	0.561	100.37 uygun
	8	0.556	99.31 uygun
	9	0.554	98.98 uygun
	10	0.560	100.28 uygun
Analizci 2	11	0.561	100.36 uygun
	12	0.560	100.28 uygun
	13	0.558	99.89 uygun
	14	0.554	98.98 uygun
	15	0.551	98.33 uygun
	16	0.560	100.15 uygun
	17	0.560	100.28 uygun
	18	0.557	99.50 uygun
	19	0.559	100.08 uygun
	20	0.559	100.05 uygun
%GK-Ortalama		99.82	
%GK-Standart sapma		0.56	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.125	
Ui		0.125	
t deneysel		1.439	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.059</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.061	100.12 uygun
	2	2.058	99.94 uygun
	3	2.059	99.99 uygun
	4	2.059	100.02 uygun
	5	2.061	100.09 uygun
	6	2.060	100.06 uygun
	7	2.058	99.94 uygun
	8	2.059	99.97 uygun
	9	2.059	100.00 uygun
	10	2.060	100.07 uygun
Analizci 2	11	2.059	100.02 uygun
	12	2.058	99.93 uygun
	13	2.061	100.09 uygun
	14	2.058	99.93 uygun
	15	2.057	99.90 uygun
	16	2.059	99.97 uygun
	17	2.057	99.87 uygun
	18	2.061	100.09 uygun
	19	2.065	100.32 uygun
	20	2.057	99.89 uygun
%GK-Ortalama		100.01	
%GK-Standart sapma		0.11	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.023	
Ui		0.023	
t deneysel		0.492	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 8. Balık matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Cr (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.052	104.96 uygun
	2	0.052	104.23 uygun
	3	0.052	104.99 uygun
	4	0.051	102.51 uygun
	5	0.050	99.10 uygun
	6	0.048	95.11 uygun
	7	0.048	95.04 uygun
	8	0.049	97.11 uygun
	9	0.051	102.05 uygun
	10	0.052	104.07 uygun
Analizci 2	11	0.051	102.13 uygun
	12	0.049	98.44 uygun
	13	0.048	95.01 uygun
	14	0.048	95.04 uygun
	15	0.050	99.07 uygun
	16	0.050	100.04 uygun
	17	0.050	100.00 uygun
	18	0.051	102.45 uygun
	19	0.052	104.66 uygun
	20	0.048	95.04 uygun
%GK-Ortalama		100.05	
%GK-Standart sapma		3.71	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.830	
Ui		0.830	
t deneysel		0.064	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Cr (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.496	99.11 uygun
	2	0.495	99.04 uygun
	3	0.491	98.25 uygun
	4	0.500	99.97 uygun
	5	0.492	98.43 uygun
	6	0.485	97.05 uygun
	7	0.476	95.10 uygun
	8	0.475	95.07 uygun
	9	0.501	100.13 uygun
	10	0.502	100.45 uygun
Analizci 2	11	0.491	98.25 uygun
	12	0.495	99.04 uygun
	13	0.496	99.26 uygun
	14	0.500	100.04 uygun
	15	0.499	99.84 uygun
	16	0.488	97.51 uygun
	17	0.491	98.24 uygun
	18	0.492	98.46 uygun
	19	0.495	99.07 uygun
	20	0.496	99.27 uygun
%GK-Ortalama		98.58	
%GK-Standart sapma		1.48	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.331	
Ui		0.331	
t deneysel		4.286	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: BALIK			
Cr (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.001	100.06 uygun
	2	1.995	99.77 uygun
	3	1.996	99.82 uygun
	4	2.012	100.61 uygun
	5	2.003	100.16 uygun
	6	1.996	99.82 uygun
	7	2.011	100.55 uygun
	8	2.002	100.11 uygun
	9	1.995	99.76 uygun
	10	1.998	99.91 uygun
Analizci 2	11	1.995	99.77 uygun
	12	1.991	99.56 uygun
	13	1.996	99.81 uygun
	14	1.996	99.81 uygun
	15	2.002	100.11 uygun
	16	2.014	100.72 uygun
	17	1.990	99.51 uygun
	18	1.995	99.76 uygun
	19	2.011	100.56 uygun
	20	2.000	100.00 uygun
%GK-Ortalama		100.01	
%GK-Standart sapma		0.35	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.079	
Ui		0.079	
t deneysel		0.101	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verileri

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
Ca (mg/L)		1.050	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.102	104.98 uygun
	2	1.099	97.90 uygun
	3	1.098	95.91 uygun
	4	1.098	97.24 uygun
	5	1.102	104.96 uygun
	6	1.102	104.99 uygun
	7	1.097	95.07 uygun
	8	1.097	95.24 uygun
	9	1.099	97.90 uygun
	10	1.099	99.44 uygun
Analizci 2	11	1.100	101.29 uygun
	12	1.099	99.22 uygun
	13	1.098	96.14 uygun
	14	1.097	95.22 uygun
	15	1.098	96.58 uygun
	16	1.102	104.99 uygun
	17	1.102	104.99 uygun
	18	1.099	99.22 uygun
	19	1.099	98.31 uygun
	20	1.098	96.79 uygun
%GK-Ortalama		99.32	
%GK-Standart sapma		3.70	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.828	
Ui		0.828	
t deneysel		0.822	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
Ca (mg/L)		1.050	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.552	100.48 uygun
	2	1.551	100.35 uygun
	3	1.548	99.72 uygun
	4	1.547	99.39 uygun
	5	1.548	99.72 uygun
	6	1.549	99.92 uygun
	7	1.553	100.68 uygun
	8	1.550	100.10 uygun
	9	1.548	99.72 uygun
	10	1.547	99.49 uygun
Analizci 2	11	1.550	100.08 uygun
	12	1.548	99.66 uygun
	13	1.547	99.48 uygun
	14	1.553	100.72 uygun
	15	1.552	100.48 uygun
	16	1.549	99.79 uygun
	17	1.548	99.66 uygun
	18	1.547	99.54 uygun
	19	1.548	99.66 uygun
	20	1.551	100.28 uygun
%GK-Ortalama		99.95	
%GK-Standart sapma		0.42	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.094	
Ui		0.094	
t deneysel		0.556	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
Ca (mg/L)		1.050	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	3.048	99.93 uygun
	2	3.050	100.03 uygun
	3	3.051	100.08 uygun
	4	3.049	99.95 uygun
	5	3.048	99.91 uygun
	6	3.049	99.98 uygun
	7	3.050	100.03 uygun
	8	3.050	100.02 uygun
	9	3.048	99.90 uygun
	10	3.048	99.91 uygun
Analizci 2	11	3.049	99.98 uygun
	12	3.050	100.00 uygun
	13	3.048	99.93 uygun
	14	3.050	100.03 uygun
	15	3.050	100.02 uygun
	16	3.050	100.00 uygun
	17	3.050	100.00 uygun
	18	3.050	100.03 uygun
	19	3.050	100.03 uygun
	20	3.048	99.92 uygun
%GK-Ortalama		99.98	
%GK-Standart sapma		0.05	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.012	
Ui		0.012	
t deneysel		1.438	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Mg (mg/L)</b>		<b>1.114</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.165	102.84 uygun
	2	1.163	99.24 uygun
	3	1.163	98.87 uygun
	4	1.164	101.40 uygun
	5	1.163	98.12 uygun
	6	1.166	104.99 uygun
	7	1.166	104.96 uygun
	8	1.164	101.25 uygun
	9	1.163	99.20 uygun
	10	1.163	97.92 uygun
Analizci 2	11	1.163	97.90 uygun
	12	1.164	99.91 uygun
	13	1.165	101.87 uygun
	14	1.166	104.91 uygun
	15	1.166	104.97 uygun
	16	1.164	101.24 uygun
	17	1.163	99.31 uygun
	18	1.163	99.20 uygun
	19	1.166	104.99 uygun
	20	1.163	97.90 uygun
%GK-Ortalama		101.05	
%GK-Standart sapma		2.70	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.603	
Ui		0.603	
t deneysel		1.742	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Mg (mg/L)</b>		<b>1.114</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.621	101.52 uygun
	2	1.612	99.73 uygun
	3	1.615	100.32 uygun
	4	1.614	100.13 uygun
	5	1.613	99.93 uygun
	6	1.613	99.93 uygun
	7	1.613	99.79 uygun
	8	1.614	99.99 uygun
	9	1.611	99.53 uygun
	10	1.614	100.08 uygun
Analizci 2	11	1.614	100.12 uygun
	12	1.613	99.88 uygun
	13	1.613	99.79 uygun
	14	1.614	100.08 uygun
	15	1.615	100.28 uygun
	16	1.616	100.48 uygun
	17	1.614	99.99 uygun
	18	1.613	99.92 uygun
	19	1.612	99.68 uygun
	20	1.614	100.08 uygun
%GK-Ortalama		100.06	
%GK-Standart sapma		0.41	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.092	
Ui		0.092	
t deneysel		0.684	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Mg (mg/L)</b>		<b>1.114</b>	
<b>Eklene (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	3.116	100.13 uygun
	2	3.114	100.03 uygun
	3	3.113	99.95 uygun
	4	3.112	99.92 uygun
	5	3.113	99.95 uygun
	6	3.115	100.08 uygun
	7	3.116	100.13 uygun
	8	3.116	100.12 uygun
	9	3.115	100.07 uygun
	10	3.115	100.05 uygun
Analizci 2	11	3.114	100.03 uygun
	12	3.113	99.98 uygun
	13	3.113	99.95 uygun
	14	3.113	99.97 uygun
	15	3.114	100.03 uygun
	16	3.115	100.08 uygun
	17	3.114	100.02 uygun
	18	3.113	99.95 uygun
	19	3.113	99.97 uygun
	20	3.115	100.05 uygun
%GK-Ortalama		100.02	
%GK-Standart sapma		0.07	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.015	
Ui		0.015	
t deneysel		1.548	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU				GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU				GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU				
<b>Na (mg/L)</b>		<b>2.096</b>		<b>Na (mg/L)</b>		<b>2.096</b>		<b>Na (mg/L)</b>		<b>2.096</b>		
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>				<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>				<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>				
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk	
Analizci 1	1	2.148	104.96	uygun	1	2.601	101.03	uygun	1	4.102	100.31	uygun
	2	2.146	99.32	uygun	2	2.598	100.30	uygun	2	4.101	100.26	uygun
	3	2.145	98.84	uygun	3	2.594	99.60	uygun	3	4.095	99.96	uygun
	4	2.146	100.44	uygun	4	2.581	96.91	uygun	4	4.094	99.91	uygun
	5	2.144	96.51	uygun	5	2.590	98.84	uygun	5	4.090	99.71	uygun
	6	2.144	95.04	uygun	6	2.595	99.84	uygun	6	4.085	99.46	uygun
	7	2.146	99.20	uygun	7	2.598	100.30	uygun	7	4.091	99.75	uygun
	8	2.147	102.64	uygun	8	2.597	100.24	uygun	8	4.087	99.53	uygun
	9	2.148	104.44	uygun	9	2.596	100.00	uygun	9	4.088	99.61	uygun
	10	2.148	104.96	uygun	10	2.595	99.85	uygun	10	4.091	99.76	uygun
Analizci 2	11	2.146	99.77	uygun	11	2.594	99.60	uygun	11	4.095	99.96	uygun
	12	2.144	95.05	uygun	12	2.593	99.40	uygun	12	4.098	100.08	uygun
	13	2.144	96.50	uygun	13	2.592	99.20	uygun	13	4.101	100.26	uygun
	14	2.148	104.98	uygun	14	2.588	98.45	uygun	14	4.099	100.16	uygun
	15	2.148	104.44	uygun	15	2.586	97.97	uygun	15	4.102	100.32	uygun
	16	2.148	103.10	uygun	16	2.586	97.99	uygun	16	4.085	99.46	uygun
	17	2.146	100.45	uygun	17	2.595	99.84	uygun	17	4.091	99.75	uygun
	18	2.147	102.05	uygun	18	2.597	100.13	uygun	18	4.084	99.41	uygun
	19	2.145	98.45	uygun	19	2.595	99.90	uygun	19	4.099	100.16	uygun
	20	2.144	96.51	uygun	20	2.597	100.10	uygun	20	4.101	100.26	uygun
%GK-Ortalama			100.38	%GK-Ortalama			99.48	%GK-Ortalama			99.90	
%GK-Standart sapma			3.42	%GK-Standart sapma			0.99	%GK-Standart sapma			0.31	
n			20	n			20	n			20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.765	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.221	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.070	
Ui			0.765	Ui			0.221	Ui			0.070	
t deneysel			0.502	t deneysel			2.368	t deneysel			1.364	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Fe (mg/L)</b>		<b>0.127</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.180	104.97 uygun
	2	0.180	104.92 uygun
	3	0.179	103.85 uygun
	4	0.179	102.53 uygun
	5	0.180	104.79 uygun
	6	0.177	99.12 uygun
	7	0.176	97.94 uygun
	8	0.179	102.53 uygun
	9	0.179	104.11 uygun
	10	0.178	101.90 uygun
Analizci 2	11	0.176	98.00 uygun
	12	0.176	96.24 uygun
	13	0.176	97.99 uygun
	14	0.175	95.16 uygun
	15	0.175	95.72 uygun
	16	0.176	97.94 uygun
	17	0.177	99.69 uygun
	18	0.179	102.53 uygun
	19	0.180	104.28 uygun
	20	0.180	104.96 uygun
%GK-Ortalama		100.96	
%GK-Standart sapma		3.44	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.768	
Ui		0.768	
t deneysel		1.248	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Fe (mg/L)</b>		<b>0.127</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.628	100.19 uygun
	2	0.634	101.33 uygun
	3	0.634	101.25 uygun
	4	0.623	99.04 uygun
	5	0.619	98.28 uygun
	6	0.639	102.27 uygun
	7	0.633	101.14 uygun
	8	0.630	100.55 uygun
	9	0.628	100.12 uygun
	10	0.627	99.87 uygun
Analizci 2	11	0.626	99.65 uygun
	12	0.623	99.04 uygun
	13	0.619	98.28 uygun
	14	0.624	99.25 uygun
	15	0.626	99.61 uygun
	16	0.629	100.38 uygun
	17	0.631	100.63 uygun
	18	0.633	101.13 uygun
	19	0.629	100.37 uygun
	20	0.634	101.33 uygun
%GK-Ortalama		100.19	
%GK-Standart sapma		1.07	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.239	
Ui		0.239	
t deneysel		0.780	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Fe (mg/L)</b>		<b>0.127</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.123	99.80 uygun
	2	2.120	99.64 uygun
	3	2.128	100.04 uygun
	4	2.129	100.08 uygun
	5	2.127	99.99 uygun
	6	2.127	99.98 uygun
	7	2.128	100.04 uygun
	8	2.124	99.83 uygun
	9	2.124	99.81 uygun
	10	2.128	100.04 uygun
Analizci 2	11	2.129	100.08 uygun
	12	2.127	99.99 uygun
	13	2.127	99.96 uygun
	14	2.126	99.91 uygun
	15	2.124	99.84 uygun
	16	2.123	99.80 uygun
	17	2.128	100.04 uygun
	18	2.127	100.00 uygun
	19	2.127	99.96 uygun
	20	2.126	99.93 uygun
%GK-Ortalama		99.94	
%GK-Standart sapma		0.12	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.026	
Ui		0.026	
t deneysel		2.391	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU				GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU				GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU				
<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.000</b>		<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.000</b>		<b>Zn (mg/L)</b>		<b>0.000</b>		
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>				<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>				<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>				
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk	
Analizci 1	1	0.052	104.42	uygun	1	0.500	100.05	uygun	1	2.002	100.11	uygun
	2	0.052	104.98	uygun	2	0.503	100.64	uygun	2	2.022	101.11	uygun
	3	0.049	98.45	uygun	3	0.501	100.22	uygun	3	1.998	99.90	uygun
	4	0.048	96.45	uygun	4	0.495	99.04	uygun	4	1.999	99.96	uygun
	5	0.049	98.44	uygun	5	0.499	99.71	uygun	5	1.979	98.93	uygun
	6	0.050	99.12	uygun	6	0.497	99.45	uygun	6	1.980	99.01	uygun
	7	0.051	102.01	uygun	7	0.501	100.24	uygun	7	1.986	99.28	uygun
	8	0.052	104.00	uygun	8	0.500	100.05	uygun	8	1.926	96.28	uygun
	9	0.052	104.99	uygun	9	0.500	100.03	uygun	9	1.990	99.51	uygun
	10	0.052	104.96	uygun	10	0.500	99.90	uygun	10	2.002	100.11	uygun
Analizci 2	11	0.050	100.45	uygun	11	0.493	98.51	uygun	11	2.011	100.56	uygun
	12	0.050	100.29	uygun	12	0.497	99.40	uygun	12	2.001	100.06	uygun
	13	0.049	98.45	uygun	13	0.498	99.60	uygun	13	1.995	99.75	uygun
	14	0.048	96.45	uygun	14	0.500	100.02	uygun	14	1.994	99.71	uygun
	15	0.048	95.12	uygun	15	0.501	100.24	uygun	15	1.996	99.81	uygun
	16	0.048	95.04	uygun	16	0.502	100.42	uygun	16	1.999	99.96	uygun
	17	0.048	95.01	uygun	17	0.501	100.29	uygun	17	1.998	99.91	uygun
	18	0.051	102.00	uygun	18	0.488	97.65	uygun	18	2.001	100.06	uygun
	19	0.050	99.10	uygun	19	0.494	98.84	uygun	19	2.003	100.17	uygun
	20	0.048	96.44	uygun	20	0.498	99.50	uygun	20	1.996	99.80	uygun
%GK-Ortalama			99.81	%GK-Ortalama			99.69	%GK-Ortalama			99.70	
%GK-Standart sapma			3.54	%GK-Standart sapma			0.73	%GK-Standart sapma			0.94	
n			20	n			20	n			20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.791	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.163	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.210	
Ui			0.791	Ui			0.163	Ui			0.210	
t deneysel			0.241	t deneysel			1.891	t deneysel			1.430	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Cu</b> (mg/L)		<b>0.043</b>	
Eklenen (mg/L): <b>0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.091	96.67 uygun
	2	0.091	96.01 uygun
	3	0.092	98.41 uygun
	4	0.094	100.78 uygun
	5	0.095	103.77 uygun
	6	0.096	104.95 uygun
	7	0.094	101.97 uygun
	8	0.092	98.40 uygun
	9	0.092	96.81 uygun
	10	0.093	100.19 uygun
Analizci 2	11	0.093	99.80 uygun
	12	0.094	101.98 uygun
	13	0.092	96.81 uygun
	14	0.091	95.03 uygun
	15	0.095	103.37 uygun
	16	0.095	104.16 uygun
	17	0.093	100.19 uygun
	18	0.092	98.41 uygun
	19	0.091	96.62 uygun
	20	0.091	96.01 uygun
%GK-Ortalama		99.52	
%GK-Standart sapma		3.06	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.685	
Ui		0.685	
t deneysel		0.706	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Cu</b> (mg/L)		<b>0.043</b>	
Eklenen (mg/L): <b>0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.544	100.26 uygun
	2	0.545	100.46 uygun
	3	0.546	100.65 uygun
	4	0.542	99.87 uygun
	5	0.541	99.61 uygun
	6	0.542	99.70 uygun
	7	0.542	99.87 uygun
	8	0.543	100.05 uygun
	9	0.544	100.22 uygun
	10	0.541	99.49 uygun
Analizci 2	11	0.542	99.70 uygun
	12	0.545	100.34 uygun
	13	0.546	100.65 uygun
	14	0.547	100.85 uygun
	15	0.540	99.28 uygun
	16	0.541	99.68 uygun
	17	0.541	99.48 uygun
	18	0.541	99.66 uygun
	19	0.545	100.46 uygun
	20	0.544	100.27 uygun
%GK-Ortalama		100.03	
%GK-Standart sapma		0.46	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.102	
Ui		0.102	
t deneysel		0.267	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Cu</b> (mg/L)		<b>0.043</b>	
Eklenen (mg/L): <b>2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.044	100.07 uygun
	2	2.041	99.92 uygun
	3	2.042	99.97 uygun
	4	2.045	100.12 uygun
	5	2.046	100.15 uygun
	6	2.034	99.57 uygun
	7	2.039	99.78 uygun
	8	2.037	99.69 uygun
	9	2.046	100.13 uygun
	10	2.044	100.06 uygun
Analizci 2	11	2.041	99.92 uygun
	12	2.041	99.92 uygun
	13	2.040	99.87 uygun
	14	2.039	99.82 uygun
	15	2.044	100.05 uygun
	16	2.045	100.12 uygun
	17	2.040	99.87 uygun
	18	2.038	99.73 uygun
	19	2.037	99.68 uygun
	20	2.040	99.87 uygun
%GK-Ortalama		99.91	
%GK-Standart sapma		0.17	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.038	
Ui		0.038	
t deneysel		2.260	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
AI (mg/L)		0.077	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.126	97.20 uygun
	2	0.125	95.52 uygun
	3	0.128	100.66 uygun
	4	0.130	104.94 uygun
	5	0.125	96.42 uygun
	6	0.127	98.93 uygun
	7	0.125	95.52 uygun
	8	0.125	95.07 uygun
	9	0.127	99.12 uygun
	10	0.128	100.66 uygun
Analizci 2	11	0.128	100.67 uygun
	12	0.126	97.19 uygun
	13	0.127	98.90 uygun
	14	0.128	101.18 uygun
	15	0.128	102.40 uygun
	16	0.129	103.79 uygun
	17	0.129	103.77 uygun
	18	0.126	96.85 uygun
	19	0.127	98.90 uygun
	20	0.128	100.66 uygun
%GK-Ortalama		99.42	
%GK-Standart sapma		2.92	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.654	
Ui		0.654	
t deneysel		0.892	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
AI (mg/L)		0.077	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.581	100.72 uygun
	2	0.582	100.92 uygun
	3	0.576	99.76 uygun
	4	0.571	98.79 uygun
	5	0.575	99.56 uygun
	6	0.576	99.76 uygun
	7	0.582	100.92 uygun
	8	0.580	100.53 uygun
	9	0.579	100.34 uygun
	10	0.578	100.14 uygun
Analizci 2	11	0.581	100.72 uygun
	12	0.571	98.66 uygun
	13	0.576	99.76 uygun
	14	0.579	100.39 uygun
	15	0.581	100.72 uygun
	16	0.582	100.92 uygun
	17	0.576	99.75 uygun
	18	0.571	98.67 uygun
	19	0.567	97.88 uygun
	20	0.582	100.90 uygun
%GK-Ortalama		99.99	
%GK-Standart sapma		0.90	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.201	
Ui		0.201	
t deneysel		0.050	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
AI (mg/L)		0.077	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.082	100.22 uygun
	2	2.076	99.93 uygun
	3	2.078	100.05 uygun
	4	2.077	99.98 uygun
	5	2.079	100.10 uygun
	6	2.081	100.18 uygun
	7	2.075	99.88 uygun
	8	2.075	99.87 uygun
	9	2.080	100.13 uygun
	10	2.083	100.28 uygun
Analizci 2	11	2.082	100.23 uygun
	12	2.083	100.28 uygun
	13	2.076	99.93 uygun
	14	2.079	100.10 uygun
	15	2.078	100.03 uygun
	16	2.080	100.15 uygun
	17	2.082	100.22 uygun
	18	2.081	100.19 uygun
	19	2.077	99.99 uygun
	20	2.077	100.00 uygun
%GK-Ortalama		100.09	
%GK-Standart sapma		0.13	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.029	
Ui		0.029	
t deneysel		2.979	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.016</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.068	103.59 uygun
	2	0.069	104.91 uygun
	3	0.066	98.75 uygun
	4	0.065	98.11 uygun
	5	0.064	95.03 uygun
	6	0.064	95.02 uygun
	7	0.067	101.53 uygun
	8	0.067	100.85 uygun
	9	0.066	99.64 uygun
	10	0.065	97.75 uygun
Analizci 2	11	0.065	97.94 uygun
	12	0.066	99.64 uygun
	13	0.066	99.67 uygun
	14	0.067	100.58 uygun
	15	0.069	104.97 uygun
	16	0.069	104.98 uygun
	17	0.066	100.01 uygun
	18	0.066	99.37 uygun
	19	0.064	96.22 uygun
	20	0.064	95.14 uygun
%GK-Ortalama		99.68	
%GK-Standart sapma		3.17	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.708	
Ui		0.708	
t deneysel		0.445	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.016</b>	
<b>Eklene (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.517	100.14 uygun
	2	0.515	99.78 uygun
	3	0.514	99.59 uygun
	4	0.517	100.16 uygun
	5	0.521	100.97 uygun
	6	0.513	99.39 uygun
	7	0.511	98.99 uygun
	8	0.520	100.78 uygun
	9	0.517	100.18 uygun
	10	0.518	100.34 uygun
Analizci 2	11	0.517	100.14 uygun
	12	0.514	99.59 uygun
	13	0.515	99.75 uygun
	14	0.514	99.48 uygun
	15	0.514	99.59 uygun
	16	0.516	99.98 uygun
	17	0.518	100.34 uygun
	18	0.519	100.54 uygun
	19	0.514	99.59 uygun
	20	0.515	99.78 uygun
%GK-Ortalama		99.96	
%GK-Standart sapma		0.49	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.110	
Ui		0.110	
t deneysel		0.399	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Mn (mg/L)</b>		<b>0.016</b>	
<b>Eklene (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.021	100.24 uygun
	2	2.023	100.33 uygun
	3	2.008	99.59 uygun
	4	2.011	99.74 uygun
	5	2.012	99.79 uygun
	6	2.028	100.59 uygun
	7	2.018	100.08 uygun
	8	2.021	100.24 uygun
	9	2.008	99.59 uygun
	10	2.007	99.55 uygun
Analizci 2	11	2.024	100.39 uygun
	12	2.007	99.54 uygun
	13	2.014	99.90 uygun
	14	2.018	100.09 uygun
	15	2.022	100.29 uygun
	16	2.024	100.40 uygun
	17	2.014	99.90 uygun
	18	2.010	99.69 uygun
	19	2.013	99.84 uygun
	20	2.015	99.94 uygun
%GK-Ortalama		99.98	
%GK-Standart sapma		0.32	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.072	
Ui		0.072	
t deneysel		0.210	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU				GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU				GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Cd (mg/L)</b>		<b>0.000</b>		<b>Cd (mg/L)</b>		<b>0.000</b>		<b>Cd (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>				<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>				<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk		n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.052	104.99 uygun	Analizci 1	1	0.495	99.04 uygun	Analizci 1	1	2.001	100.06 uygun
	2	0.051	102.45 uygun		2	0.496	99.24 uygun		2	1.992	99.61 uygun
	3	0.050	100.45 uygun		3	0.494	98.85 uygun		3	1.990	99.51 uygun
	4	0.048	96.45 uygun		4	0.496	99.24 uygun		4	1.994	99.71 uygun
	5	0.048	96.42 uygun		5	0.500	100.04 uygun		5	1.983	99.16 uygun
	6	0.052	104.96 uygun		6	0.501	100.25 uygun		6	1.980	99.01 uygun
	7	0.052	104.00 uygun		7	0.502	100.45 uygun		7	2.011	100.56 uygun
	8	0.051	102.45 uygun		8	0.496	99.13 uygun		8	2.002	100.11 uygun
	9	0.048	95.01 uygun		9	0.498	99.60 uygun		9	1.991	99.56 uygun
	10	0.051	102.45 uygun		10	0.497	99.31 uygun		10	1.995	99.76 uygun
Analizci 2	11	0.050	100.44 uygun	Analizci 2	11	0.496	99.25 uygun	Analizci 2	11	1.997	99.86 uygun
	12	0.050	100.04 uygun		12	0.501	100.24 uygun		12	1.991	99.56 uygun
	13	0.052	104.66 uygun		13	0.502	100.42 uygun		13	1.993	99.66 uygun
	14	0.050	100.22 uygun		14	0.503	100.65 uygun		14	1.995	99.76 uygun
	15	0.051	102.00 uygun		15	0.499	99.70 uygun		15	2.001	100.06 uygun
	16	0.052	104.03 uygun		16	0.495	99.04 uygun		16	2.022	101.12 uygun
	17	0.052	104.96 uygun		17	0.496	99.24 uygun		17	2.002	100.11 uygun
	18	0.052	104.98 uygun		18	0.497	99.44 uygun		18	1.996	99.79 uygun
	19	0.051	102.44 uygun		19	0.495	98.90 uygun		19	2.011	100.56 uygun
	20	0.048	95.00 uygun		20	0.499	99.84 uygun		20	1.955	97.76 uygun
%GK-Ortalama			101.42	%GK-Ortalama			99.59	%GK-Ortalama			99.76
%GK-Standart sapma			3.37	%GK-Standart sapma			0.57	%GK-Standart sapma			0.67
n			20	n			20	n			20
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.754	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.127	Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$			0.151
Ui			0.754	Ui			0.127	Ui			0.151
t deneysel			1.884	t deneysel			3.199	t deneysel			1.561
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090	t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)			2.090
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır				t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 0.050			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.048	95.04 uygun
	2	0.048	96.05 uygun
	3	0.049	97.10 uygun
	4	0.050	100.22 uygun
	5	0.050	100.43 uygun
	6	0.050	100.84 uygun
	7	0.052	104.96 uygun
	8	0.048	96.42 uygun
	9	0.049	98.45 uygun
	10	0.051	102.44 uygun
Analizci 2	11	0.051	102.00 uygun
	12	0.048	96.01 uygun
	13	0.048	95.04 uygun
	14	0.048	95.77 uygun
	15	0.052	104.98 uygun
	16	0.051	102.01 uygun
	17	0.052	104.01 uygun
	18	0.052	104.96 uygun
	19	0.049	98.44 uygun
	20	0.048	96.45 uygun
%GK-Ortalama		99.58	
%GK-Standart sapma		3.54	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.793	
Ui		0.793	
t deneysel		0.527	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 0.500			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.492	98.40 uygun
	2	0.494	98.84 uygun
	3	0.495	99.05 uygun
	4	0.499	99.71 uygun
	5	0.500	100.02 uygun
	6	0.503	100.66 uygun
	7	0.501	100.11 uygun
	8	0.492	98.40 uygun
	9	0.490	98.07 uygun
	10	0.495	99.05 uygun
Analizci 2	11	0.499	99.71 uygun
	12	0.501	100.23 uygun
	13	0.502	100.44 uygun
	14	0.503	100.64 uygun
	15	0.504	100.84 uygun
	16	0.498	99.64 uygun
	17	0.497	99.45 uygun
	18	0.502	100.44 uygun
	19	0.501	100.24 uygun
	20	0.500	100.06 uygun
%GK-Ortalama		99.70	
%GK-Standart sapma		0.82	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.184	
Ui		0.184	
t deneysel		1.621	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
Co (mg/L)		0.000	
Eklenen (mg/L): 2.000			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.001	100.06 uygun
	2	1.998	99.90 uygun
	3	1.995	99.76 uygun
	4	1.985	99.26 uygun
	5	2.011	100.56 uygun
	6	1.986	99.32 uygun
	7	1.990	99.51 uygun
	8	1.999	99.95 uygun
	9	1.985	99.23 uygun
	10	1.992	99.61 uygun
Analizci 2	11	1.979	98.96 uygun
	12	1.975	98.75 uygun
	13	1.993	99.66 uygun
	14	2.001	100.06 uygun
	15	2.004	100.18 uygun
	16	2.032	101.60 uygun
	17	1.981	99.06 uygun
	18	1.991	99.56 uygun
	19	1.984	99.21 uygun
	20	1.990	99.51 uygun
%GK-Ortalama		99.69	
%GK-Standart sapma		0.64	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.142	
Ui		0.142	
t deneysel		2.206	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Ni</b> (mg/L)		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.052	104.40 uygun
	2	0.052	103.40 uygun
	3	0.051	102.11 uygun
	4	0.050	99.92 uygun
	5	0.050	100.79 uygun
	6	0.051	101.85 uygun
	7	0.050	99.41 uygun
	8	0.048	96.96 uygun
	9	0.052	104.69 uygun
	10	0.052	105.00 uygun
Analizci 2	11	0.052	104.96 uygun
	12	0.052	103.40 uygun
	13	0.051	102.11 uygun
	14	0.050	100.81 uygun
	15	0.050	100.70 uygun
	16	0.050	99.92 uygun
	17	0.049	98.67 uygun
	18	0.050	99.92 uygun
	19	0.050	99.66 uygun
	20	0.050	99.41 uygun
%GK-Ortalama		101.40	
%GK-Standart sapma		2.30	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.515	
Ui		0.515	
t deneysel		2.727	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Ni</b> (mg/L)		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.501	100.28 uygun
	2	0.506	101.22 uygun
	3	0.507	101.41 uygun
	4	0.509	101.79 uygun
	5	0.502	100.43 uygun
	6	0.500	100.09 uygun
	7	0.499	99.90 uygun
	8	0.499	99.77 uygun
	9	0.499	99.79 uygun
	10	0.499	99.90 uygun
Analizci 2	11	0.500	100.09 uygun
	12	0.501	100.11 uygun
	13	0.499	99.77 uygun
	14	0.499	99.71 uygun
	15	0.498	99.64 uygun
	16	0.500	99.92 uygun
	17	0.501	100.11 uygun
	18	0.500	100.09 uygun
	19	0.499	99.77 uygun
	20	0.498	99.65 uygun
%GK-Ortalama		100.17	
%GK-Standart sapma		0.61	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.135	
Ui		0.135	
t deneysel		1.259	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Ni</b> (mg/L)		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	2.003	100.17 uygun
	2	2.011	100.56 uygun
	3	1.995	99.77 uygun
	4	1.996	99.82 uygun
	5	1.999	99.94 uygun
	6	2.001	100.04 uygun
	7	2.000	100.02 uygun
	8	2.002	100.12 uygun
	9	2.004	100.18 uygun
	10	2.004	100.22 uygun
Analizci 2	11	2.006	100.32 uygun
	12	2.002	100.12 uygun
	13	1.996	99.82 uygun
	14	1.994	99.69 uygun
	15	1.993	99.64 uygun
	16	1.999	99.94 uygun
	17	2.005	100.24 uygun
	18	2.003	100.16 uygun
	19	2.002	100.11 uygun
	20	1.999	99.94 uygun
%GK-Ortalama		100.04	
%GK-Standart sapma		0.23	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.051	
Ui		0.051	
t deneysel		0.801	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.051	102.82 uygun
	2	0.052	103.65 uygun
	3	0.050	100.20 uygun
	4	0.050	99.82 uygun
	5	0.050	100.28 uygun
	6	0.051	101.19 uygun
	7	0.051	102.00 uygun
	8	0.052	103.16 uygun
	9	0.052	104.75 uygun
	10	0.052	104.17 uygun
Analizci 2	11	0.050	99.55 uygun
	12	0.050	100.21 uygun
	13	0.051	101.22 uygun
	14	0.051	102.01 uygun
	15	0.049	98.75 uygun
	16	0.051	102.75 uygun
	17	0.052	104.75 uygun
	18	0.050	100.29 uygun
	19	0.050	99.82 uygun
	20	0.051	102.65 uygun
%GK-Ortalama		101.70	
%GK-Standart sapma		1.83	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.408	
Ui		0.409	
t deneysel		4.169	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.501	100.28 uygun
	2	0.502	100.42 uygun
	3	0.503	100.69 uygun
	4	0.497	99.41 uygun
	5	0.498	99.55 uygun
	6	0.499	99.74 uygun
	7	0.499	99.73 uygun
	8	0.502	100.42 uygun
	9	0.497	99.41 uygun
	10	0.496	99.29 uygun
Analizci 2	11	0.503	100.64 uygun
	12	0.506	101.16 uygun
	13	0.506	101.30 uygun
	14	0.496	99.24 uygun
	15	0.498	99.55 uygun
	16	0.499	99.78 uygun
	17	0.501	100.28 uygun
	18	0.500	99.94 uygun
	19	0.504	100.81 uygun
	20	0.501	100.25 uygun
%GK-Ortalama		100.09	
%GK-Standart sapma		0.62	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.139	
Ui		0.139	
t deneysel		0.680	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Pb (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.992	99.61 uygun
	2	1.998	99.89 uygun
	3	1.995	99.77 uygun
	4	1.996	99.80 uygun
	5	1.987	99.37 uygun
	6	1.988	99.41 uygun
	7	1.989	99.47 uygun
	8	1.990	99.51 uygun
	9	1.997	99.85 uygun
	10	1.998	99.90 uygun
Analizci 2	11	1.986	99.32 uygun
	12	1.988	99.42 uygun
	13	1.989	99.46 uygun
	14	1.990	99.51 uygun
	15	1.994	99.71 uygun
	16	1.994	99.71 uygun
	17	1.991	99.56 uygun
	18	1.992	99.60 uygun
	19	1.991	99.55 uygun
	20	1.994	99.71 uygun
%GK-Ortalama		99.61	
%GK-Standart sapma		0.18	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.039	
Ui		0.040	
t deneysel		9.970	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 9. Meyve suyu matriksinde çalışılan metallerin ekleme/geri alma çalışması verilerinin devamı

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Cr (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.050</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.052	104.42 uygun
	2	0.049	97.11 uygun
	3	0.048	95.04 uygun
	4	0.048	95.11 uygun
	5	0.048	95.04 uygun
	6	0.051	102.44 uygun
	7	0.052	104.64 uygun
	8	0.049	98.45 uygun
	9	0.050	100.44 uygun
	10	0.050	100.05 uygun
Analizci 2	11	0.048	95.04 uygun
	12	0.051	102.00 uygun
	13	0.051	101.77 uygun
	14	0.052	104.95 uygun
	15	0.052	104.95 uygun
	16	0.053	105.00 uygun
	17	0.048	96.45 uygun
	18	0.048	95.04 uygun
	19	0.049	98.45 uygun
	20	0.052	104.45 uygun
%GK-Ortalama		100.04	
%GK-Standart sapma		3.95	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.883	
Ui		0.883	
t deneysel		0.049	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Cr (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 0.500</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	0.500	100.08 uygun
	2	0.503	100.64 uygun
	3	0.492	98.42 uygun
	4	0.490	98.04 uygun
	5	0.491	98.18 uygun
	6	0.495	99.02 uygun
	7	0.492	98.47 uygun
	8	0.496	99.26 uygun
	9	0.501	100.22 uygun
	10	0.487	97.45 uygun
Analizci 2	11	0.481	96.25 uygun
	12	0.493	98.64 uygun
	13	0.496	99.13 uygun
	14	0.498	99.64 uygun
	15	0.498	99.51 uygun
	16	0.503	100.64 uygun
	17	0.500	100.08 uygun
	18	0.501	100.24 uygun
	19	0.499	99.84 uygun
	20	0.488	97.65 uygun
%GK-Ortalama		99.07	
%GK-Standart sapma		1.18	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.263	
Ui		0.263	
t deneysel		3.525	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

GIDA TÜRÜ: MEYVE SUYU			
<b>Cr (mg/L)</b>		<b>0.000</b>	
<b>Eklenen (mg/L): 2.000</b>			
	n	Okunan (mg/L)	% GK Uygunluk
Analizci 1	1	1.992	99.61 uygun
	2	1.986	99.28 uygun
	3	1.993	99.63 uygun
	4	1.995	99.76 uygun
	5	1.994	99.71 uygun
	6	1.998	99.91 uygun
	7	1.995	99.76 uygun
	8	1.996	99.81 uygun
	9	1.991	99.56 uygun
	10	1.984	99.21 uygun
Analizci 2	11	2.002	100.11 uygun
	12	2.011	100.56 uygun
	13	2.004	100.21 uygun
	14	2.011	100.56 uygun
	15	2.011	100.56 uygun
	16	1.999	99.93 uygun
	17	1.999	99.96 uygun
	18	2.006	100.32 uygun
	19	2.001	100.07 uygun
	20	1.993	99.63 uygun
%GK-Ortalama		99.91	
%GK-Standart sapma		0.39	
n		20	
Ux=Standart sapma/ $\sqrt{n}$		0.088	
Ui		0.088	
t deneysel		1.048	
t (kritik_%95 confidence level,two-tailed, n-1=19)		2.090	
t < t(kritik) ise Ux, t $\geq$ t(kritik) ise Ui kullanılır			

Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT: <b>Mg</b> GIDA TÜRÜ: LAHANA							EKLENEN: <b>0.00 mg/L</b>
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b> 2.11
<b>Anal. 1</b>	2.11	2.14	2.10	2.08	2.13	2.12	<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b> 0.00048
<b>Anal. 2</b>	2.09	2.10	2.08	2.09	2.11	2.10	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b> 0.00218
<b>Ort.</b>	2.10	2.12	2.09	2.09	2.12	2.11	<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b> -0.0008
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{wR}^2</math>)</b> 0.00218
Zaman dilimi sayısı(k) <b>6</b>							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_wR</math>)</b> 0.04667
Analizci sayısı (n) <b>2</b>							<b>RSD<sub>wR</sub></b> 0.02216
							<b>% RSD<sub>wR</sub></b> 2.2165
							<b>n-1(genel)</b> 11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b> 0.00540
							4
							<b>Analizci 1 Ortalama</b> 2.113
							<b>Analizci 2 Ortalama</b> 2.098
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (<math>f(2)=2,8</math>)</b> 0.062
							<b>max-min</b> 0.015
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b> Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b> 2.216
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b> 3.576
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b> Uygun

ELEMENT: <b>Mg</b> GIDA TÜRÜ: LAHANA							EKLENE N: <b>0.50 mg/L</b>
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b> 2.61
<b>Anal. 1</b>	2.61	2.60	2.62	2.63	2.60	2.59	<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b> 0.00021
<b>Anal. 2</b>	2.62	2.59	2.60	2.61	2.62	2.60	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b> 0.00140
<b>Ort.</b>	2.62	2.60	2.61	2.62	2.61	2.60	<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b> -0.0006
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{wR}^2</math>)</b> 0.00140
Zaman dilimi sayısı(k) <b>6</b>							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_wR</math>)</b> 0.03742
Analizci sayısı (n) <b>2</b>							<b>RSD<sub>wR</sub></b> 0.01433
							<b>% RSD<sub>wR</sub></b> 1.4333
							<b>n-1(genel)</b> 11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b> 0.0022599
							<b>Analizci 1 Ortalama</b> 2.611
							<b>Analizci 2 Ortalama</b> 2.610
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (<math>f(2)=2,8</math>)</b> 0.040
							<b>max-min</b> 0.001
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b> Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b> 1.433
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b> 3.462
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b> Uygun

<b>%RSD<sub>R</sub> (pool)</b>	1.59634
<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.4267
<b>HORRAT</b>	0.4658

Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Mg					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		2.00 mg/L		
Günler		1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	4.11		
Anal. 1		4.11	4.12	4.13	4.10	4.11	4.12							Ortalamanın varyansı (S <sub>d</sub> <sup>2</sup> )	0.00002		
Anal. 2		4.11	4.10	4.09	4.12	4.10	4.11							Tekrarlanabilirlik varyansı (S <sub>rep</sub> <sup>2</sup> )	0.00115		
Ort.		4.11	4.11	4.11	4.11	4.11	4.12							Günler arası varyans (S <sub>L</sub> <sup>2</sup> )	-0.0006		
		Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun							Tekrarüretilebilirlik varyansı (S <sub>wR</sub> <sup>2</sup> )	0.00115		
								Zaman dilimi sayısı(k)	6							Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.03386
								Analizci sayısı (n)	2							RSD <sub>wR</sub>	0.00823
														% RSD <sub>wR</sub>	0.8232		
														n-1(genel)	11		
														(RSD2)*(n-1)	0.0007455		
														Analizci 1 Ortalama	4.12		
														Analizci 2 Ortalama	4.11		
														Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.02		
														max-min	0.01		
														Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
														%RSD <sub>R</sub>	0.82		
														%HRSD <sub>R</sub>	3.23		
														Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

ELEMENT:		Na					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		0.00 mg/L		
Günler		1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	0.97		
Anal. 1		0.97	0.96	0.99	0.97	0.98	0.97							Ortalamanın varyansı (S <sub>d</sub> <sup>2</sup> )	0.00009		
Anal. 2		0.98	0.99	0.97	0.96	0.97	0.95							Tekrarlanabilirlik varyansı (S <sub>rep</sub> <sup>2</sup> )	0.00076		
Ort.		0.97	0.98	0.98	0.97	0.98	0.96							Günler arası varyans (S <sub>L</sub> <sup>2</sup> )	-0.0003		
		Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun							Tekrarüretilebilirlik varyansı (S <sub>wR</sub> <sup>2</sup> )	0.00076		
								Zaman dilimi sayısı(k)	6							Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.02765
								Analizci sayısı (n)	2							RSD <sub>wR</sub>	0.02840
														% RSD <sub>wR</sub>	2.8401		
														n-1(genel)	11		
														(RSD2)*(n-1)	0.0088729		
														Analizci 1 Ortalama	0.975		
														Analizci 2 Ortalama	0.972		
														Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.080		
														max-min	0.003		
														Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
														%RSD <sub>R</sub>	2.840		
														%HRSD <sub>R</sub>	4.016		
														Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Na					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		0.50 mg/L					
Günler	1	2	3	4	5	6	Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Genel ortalama	1.48						
Anal. 1	1.49	1.46	1.48	1.47	1.48	1.47							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00007						
Anal. 2	1.48	1.49	1.46	1.47	1.48	1.46							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00058						
Ort.	1.48	1.48	1.47	1.47	1.48	1.47							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0003						
													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00058						
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.02407						
													RSD <sub>WR</sub>	0.01630						
													% RSD <sub>WR</sub>	1.6303						
													n-1(genel)	11						
													(RSD2)*(n-1)	0.0029238						
													Analizci 1 Ortalama	1.477						
													Analizci 2 Ortalama	1.476						
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min	0.046						
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun						
													%RSD <sub>R</sub>	1.630						
													%HRSD <sub>R</sub>	3.772						
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun						

%RSD <sub>R</sub> (pool)	2.0376
%HRSD <sub>R</sub>	3.7360
HORRAT	0.6360

ELEMENT:		Na					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		2.00 mg/L					
Günler	1	2	3	4	5	6	Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Genel ortalama	2.98						
Anal. 1	2.99	2.95	2.97	3.00	2.98	2.99							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00032						
Anal. 2	2.98	2.97	2.99	2.96	2.98	3.01							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00154						
Ort.	2.98	2.96	2.98	2.98	2.98	3.00							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0006						
													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00154						
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.03924						
													RSD <sub>WR</sub>	0.01316						
													% RSD <sub>WR</sub>	1.3156						
													n-1(genel)	11						
													(RSD2)*(n-1)	0.0019039						
													Analizci 1 Ortalama	2.98						
													Analizci 2 Ortalama	2.98						
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min	0.04						
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun						
													%RSD <sub>R</sub>	1.32						
													%HRSD <sub>R</sub>	3.39						
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun						

Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		K					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		0.00 mg/L			
Günler		1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	2.66			
Anal. 1		2.66	2.65	2.67	2.67	2.68	2.65							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00004			
Anal. 2		2.66	2.68	2.65	2.66	2.65	2.66							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00120			
Ort.		2.66	2.67	2.66	2.67	2.67	2.66							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0006			
								Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00120			
								Zaman dilimi sayısı(k)						6		Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.03467	
								Analizci sayısı (n)						2		RSD <sub>wR</sub>	0.01302	
																% RSD <sub>wR</sub>	1.3016	
																n-1(genel)	11	
																(RSD2)*(n-1)	0.0018635	
																Analizci 1 Ortalama	2.665	
																Analizci 2 Ortalama	2.662	
																Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.036	
																max-min	0.003	
																Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
																%RSD <sub>R</sub>	1.302	
																%HRSD <sub>R</sub>	3.452	
																Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	

ELEMENT:		K					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		0.50 mg/L			
Günler		1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	3.19			
Anal. 1		3.18	3.19	3.20	3.20	3.17	3.18							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00012			
Anal. 2		3.18	3.16	3.18	3.19	3.20	3.17							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00132			
Ort.		3.18	3.18	3.19	3.20	3.19	3.18							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0006			
								Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00132			
								Zaman dilimi sayısı(k)						6		Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.03629	
								Analizci sayısı (n)						2		RSD <sub>wR</sub>	0.01139	
																% RSD <sub>wR</sub>	1.1390	
																n-1(genel)	11	
																(RSD2)*(n-1)	0.001427	
																Analizci 1 Ortalama	3.189	
																Analizci 2 Ortalama	3.184	
																Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.032	
																max-min	0.006	
																Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
																%RSD <sub>R</sub>	1.139	
																%HRSD <sub>R</sub>	3.360	
																Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	

%RSD <sub>R</sub> (pool)	1.0514
%HRSD <sub>R</sub>	3.3293
HORRAT	0.3158

Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		K					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	4.68		
Anal. 1	4.68	4.70	4.69	4.67	4.69	4.68							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00015		
Anal. 2	4.67	4.69	4.69	4.70	4.68	4.66							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00071		
Ort.	4.67	4.70	4.69	4.69	4.68	4.67							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0003		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00071		
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_WR$ )	0.02672		
													RSD <sub>WR</sub>	0.00570		
													% RSD <sub>WR</sub>	0.5703		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.0003578		
													Analizci 1 Ortalama	4.69		
													Analizci 2 Ortalama	4.68		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.02		
													max-min	0.00		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	0.57		
													%HRSD <sub>R</sub>	3.17		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		
													Zaman dilimi sayısı(k)	6		
													Analizci sayısı (n)	2		

ELEMENT:		Fe					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	0.83		
Anal. 1	0.832	0.823	0.837	0.841	0.824	0.834							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00007		
Anal. 2	0.827	0.842	0.850	0.824	0.833	0.844							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00048		
Ort.	0.83	0.83	0.84	0.83	0.83	0.84							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0002		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00048		
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_WR$ )	0.02201		
													RSD <sub>WR</sub>	0.02638		
													% RSD <sub>WR</sub>	2.6383		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.0076565		
													Analizci 1 Ortalama	0.832		
													Analizci 2 Ortalama	0.837		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.074		
													max-min	0.005		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	2.638		
													%HRSD <sub>R</sub>	4.110		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		
													Zaman dilimi sayısı(k)	6		
													Analizci sayısı (n)	2		

Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Fe					GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN:		0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	1.31		
Anal. 1	1.31	1.32	1.33	1.30	1.32	1.33			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00005		
Anal. 2	1.31	1.30	1.29	1.31	1.30	1.31			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00161		
Ort.	1.31	1.31	1.31	1.31	1.31	1.32			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0008		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00161		
Zaman dilimi sayısı(k)							6		Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.04016		
Analizci sayısı (n)							2		RSD <sub>WR</sub>	0.03059		
									% RSD <sub>WR</sub>	3.0593		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)* $(n-1)$	0.0102955		
									Analizci 1 Ortalama	1.319		
									Analizci 2 Ortalama	1.306		
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min	0.086		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	3.059		
									%HRSD <sub>R</sub>	3.839		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

%RSD <sub>R</sub> (pool)	2.4076
%HRSD <sub>R</sub>	3.8012
HORRAT	0.6334

ELEMENT:		Fe					GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN:		2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	2.82		
Anal. 1	2.82	2.84	2.83	2.81	2.82	2.82			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00009		
Anal. 2	2.81	2.82	2.80	2.83	2.81	2.81			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00085		
Ort.	2.81	2.83	2.82	2.82	2.82	2.82			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0004		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00085		
Zaman dilimi sayısı(k)							6		Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.02917		
Analizci sayısı (n)							2		RSD <sub>WR</sub>	0.01034		
									% RSD <sub>WR</sub>	1.0342		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)* $(n-1)$	0.0011765		
									Analizci 1 Ortalama	2.83		
									Analizci 2 Ortalama	2.82		
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min	0.03		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	1.03		
									%HRSD <sub>R</sub>	3.42		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		<b>Zn</b>						GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN:		0.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>			<b>Genel ortalama</b>		0.18		
<b>Anal. 1</b>	0.187	0.181	0.178	0.182	0.175	0.176			<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>		0.00002		
<b>Anal. 2</b>	0.177	0.180	0.175	0.172	0.173	0.173			<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>		0.00012		
<b>Ort.</b>	0.182	0.181	0.177	0.177	0.174	0.174			<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>		0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{wR}^2</math>)</b>		0.00012		
Zaman dilimi sayısı(k)							6		<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_{wR}</math>)</b>		0.01076		
Analizci sayısı (n)							2		<b>RSD<sub>wR</sub></b>		0.06061		
									<b>% RSD<sub>wR</sub></b>		6.0606		
									<b>n-1(genel)</b>		11		
									<b>(RSD2)*(n-1)</b>		0.0404044		
									<b>Analizci 1 Ortalama</b>		0.180		
									<b>Analizci 2 Ortalama</b>		0.175		
									<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>		0.170		
									<b>max-min</b>		0.005		
									<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		Uygun		
									<b>%RSD<sub>R</sub></b>		6.061		
									<b>%HRSD<sub>R</sub></b>		5.188		
									<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>		Uygun değil		

ELEMENT:		<b>Zn</b>						GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN:		0.50 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>			<b>Genel ortalama</b>		0.67		
<b>Anal. 1</b>	0.682	0.677	0.668	0.674	0.683	0.679			<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>		0.00006		
<b>Anal. 2</b>	0.677	0.667	0.660	0.665	0.671	0.669			<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>		0.00031		
<b>Ort.</b>	0.680	0.672	0.664	0.670	0.677	0.674			<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>		-0.0001		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{wR}^2</math>)</b>		0.00031		
Zaman dilimi sayısı(k)							6		<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_{wR}</math>)</b>		0.01753		
Analizci sayısı (n)							2		<b>RSD<sub>wR</sub></b>		0.02606		
									<b>% RSD<sub>wR</sub></b>		2.6058		
									<b>n-1(genel)</b>		11		
									<b>(RSD2)*(n-1)</b>		0.0074692		
									<b>Analizci 1 Ortalama</b>		0.677		
									<b>Analizci 2 Ortalama</b>		0.668		
									<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>		0.073		
									<b>max-min</b>		0.009		
									<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>		Uygun		
									<b>%RSD<sub>R</sub></b>		2.606		
									<b>%HRSD<sub>R</sub></b>		4.246		
									<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>		Uygun		

<b>%RSD<sub>R</sub> (pool)</b>	3.8524
<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	4.3822
<b>HORRAT</b>	0.8791

Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		<b>Zn</b>					GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN:		<b>2.00 mg/L</b>	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>			<b>Genel ortalama</b>	2.17		
<b>Anal. 1</b>	2.179	2.152	2.163	2.182	2.173	2.180			<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00009		
<b>Anal. 2</b>	2.178	2.171	2.183	2.178	2.185	2.170			<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00047		
<b>Ort.</b>	2.18	2.16	2.17	2.18	2.18	2.18			<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	-0.0002		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{WR}^2</math>)</b>	0.00047		
									<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_{WR}</math>)</b>	0.02177		
									<b>RSD<sub>WR</sub></b>	0.01001		
									<b>% RSD<sub>WR</sub></b>	1.0010		
									<b>n-1(genel)</b>	11		
									<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0011023		
									<b>Analizci 1 Ortalama</b>	2.17		
									<b>Analizci 2 Ortalama</b>	2.18		
									<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min</b>	0.03		
									<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun		
									<b>%RSD<sub>R</sub></b>	1.00		
									<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.56		
									<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun		

ELEMENT:		<b>Cu</b>					GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN:		<b>0.00 mg/L</b>	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>			<b>Genel ortalama</b>	0.10		
<b>Anal. 1</b>	0.097	0.095	0.100	0.102	0.097	0.095			<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00001		
<b>Anal. 2</b>	0.099	0.096	0.097	0.095	0.101	0.094			<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00005		
<b>Ort.</b>	0.098	0.096	0.099	0.099	0.099	0.095			<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{WR}^2</math>)</b>	0.00005		
									<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_{WR}</math>)</b>	0.00730		
									<b>RSD<sub>WR</sub></b>	0.07491		
									<b>% RSD<sub>WR</sub></b>	7.4911		
									<b>n-1(genel)</b>	11		
									<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.061728		
									<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.098		
									<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.097		
									<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min</b>	0.210		
									<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun		
									<b>%RSD<sub>R</sub></b>	7.491		
									<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	5.679		
									<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun değil		



Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		AI		GIDA TÜRÜ: LAHANA			EKLENEN: 0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.23
Anal. 1	0.188	0.238	0.236	0.237	0.234	0.235	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00076
Anal. 2	0.188	0.233	0.232	0.235	0.238	0.236	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00003
Ort.	0.188	0.236	0.234	0.236	0.236	0.236	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0004
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00040
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.01990
							RSD <sub>wR</sub>	0.08740
							% RSD <sub>wR</sub>	8.7405
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0840358
							Analizci 1 Ortalama	0.228
							Analizci 2 Ortalama	0.227
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.245
							max-min	0.001
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	8.740
							%HRSD <sub>R</sub>	4.998
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun değil
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

ELEMENT:		AI		GIDA TÜRÜ: LAHANA			EKLENEN: 0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.68
Anal. 1	0.682	0.690	0.680	0.687	0.685	0.681	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001
Anal. 2	0.684	0.686	0.685	0.682	0.687	0.686	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00005
Ort.	0.683	0.688	0.683	0.685	0.686	0.684	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00005
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00701
							RSD <sub>wR</sub>	0.01024
							% RSD <sub>wR</sub>	1.0237
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0011527
							Analizci 1 Ortalama	0.684
							Analizci 2 Ortalama	0.685
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.029
							max-min	0.001
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	1.024
							%HRSD <sub>R</sub>	4.235
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

%RSD <sub>R</sub> (pool)	5.2937
%HRSD <sub>R</sub>	4.3051
HORRAT	1.2296

Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Al					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		2.00 mg/L	
Günler		1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	2.16	
Anal. 1		2.15	2.18	2.19	2.14	2.15	2.16							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00004	
Anal. 2		2.16	2.14	2.13	2.16	2.17	2.15							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00309	
Ort.		2.16	2.16	2.16	2.15	2.16	2.16							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0015	
							Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00309		
							Zaman dilimi sayısı(k)						6	Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.05558	
							Analizci sayısı (n)						2	RSD <sub>WR</sub>	0.02574	
														% RSD <sub>WR</sub>	2.5741	
														n-1(genel)	11	
														(RSD2)*(n-1)	0.0072884	
														Analizci 1 Ortalama	2.16	
														Analizci 2 Ortalama	2.15	
														Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.07	
														max-min	0.01	
														Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
														%RSD <sub>R</sub>	2.57	
														%HRSD <sub>R</sub>	3.56	
														Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	

ELEMENT:		Mn					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		0.00 mg/L	
Günler		1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	0.46	
Anal. 1		0.457	0.460	0.451	0.471	0.462	0.458							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00003	
Anal. 2		0.465	0.468	0.460	0.463	0.455	0.460							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00024	
Ort.		0.461	0.464	0.456	0.467	0.459	0.459							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0001	
							Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00024		
							Zaman dilimi sayısı(k)						6	Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.01546	
							Analizci sayısı (n)						2	RSD <sub>WR</sub>	0.03354	
														% RSD <sub>WR</sub>	3.3545	
														n-1(genel)	11	
														(RSD2)*(n-1)	0.0123777	
														Analizci 1 Ortalama	0.460	
														Analizci 2 Ortalama	0.462	
														Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.094	
														max-min	0.002	
														Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
														%RSD <sub>R</sub>	3.354	
														%HRSD <sub>R</sub>	4.495	
														Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	



Ek Tablo 10. Lahana matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT: <b>Cd</b> GIDA TÜRÜ: LAHANA							EKLENEN: <b>0.05 mg/L</b>	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	0.05
<b>Anal. 1</b>	0.051	0.053	0.051	0.049	0.051	0.048	<b>Ortalamanın varyansı (S<sub>d</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00000
<b>Anal. 2</b>	0.050	0.049	0.049	0.050	0.052	0.050	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (S<sub>rep</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00002
<b>Ort.</b>	0.051	0.051	0.050	0.050	0.052	0.049	<b>Günler arası varyans (S<sub>L</sub><sup>2</sup>)</b>	0.0000
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (S<sub>wR</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00002
Zaman dilimi sayısı(k)							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.00406
Analizci sayısı (n)							<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.08073
							<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	8.0725
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0716826
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.051
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.050
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min</b>	0.226
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	0.001
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	Uygun
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	8.073
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	6.272
								Uygun değil

ELEMENT: <b>Cd</b> GIDA TÜRÜ: LAHANA							EKLENEN: <b>0.50 mg/L</b>	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	0.50
<b>Anal. 1</b>	0.499	0.508	0.505	0.510	0.506	0.497	<b>Ortalamanın varyansı (S<sub>d</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00002
<b>Anal. 2</b>	0.496	0.501	0.495	0.497	0.501	0.503	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (S<sub>rep</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00021
<b>Ort.</b>	0.497	0.505	0.500	0.504	0.503	0.500	<b>Günler arası varyans (S<sub>L</sub><sup>2</sup>)</b>	-0.0001
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (S<sub>wR</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00021
Zaman dilimi sayısı(k)							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.01454
Analizci sayısı (n)							<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.02899
							<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	2.8995
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0092476
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.504
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.499
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min</b>	0.081
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	0.005
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	Uygun
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	2.899
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	4.438
								Uygun

<b>%RSD<sub>R</sub> (pool)</b>	5.0969
<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	4.8997
<b>HORRAT</b>	1.0402

Ek Tablo 10. Lahana matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Cd					GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN: 2.00mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6		Genel ortalama	2.00	
Anal. 1	2.00	2.02	2.03	2.00	1.98	1.99		Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00018	
Anal. 2	2.00	2.00	1.99	1.99	2.02	1.98		Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00175	
Ort.	2.00	2.01	2.01	1.99	2.00	1.99		Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0008	
								Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00175	
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun		Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.04179	
								RSD <sub>WR</sub>	0.02089	
							Zaman dilimi sayısı(k)	% RSD <sub>WR</sub>	2.0887	
							Analizci sayısı (n)	n-1(genel)	11	
								(RSD2)*(n-1)	0.0047989	
								Analizci 1 Ortalama	2.00	
								Analizci 2 Ortalama	2.00	
								Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.06	
								max-min	0.01	
								Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
								%RSD <sub>R</sub>	2.09	
								%HRSD <sub>R</sub>	3.60	
								Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	

ELEMENT:		Co					GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN: 0.05 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6		Genel ortalama	0.05	
Anal. 1	0.050	0.052	0.051	0.053	0.048	0.051		Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000	
Anal. 2	0.051	0.049	0.050	0.051	0.049	0.049		Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001	
Ort.	0.050	0.050	0.051	0.052	0.049	0.050		Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000	
								Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00001	
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun		Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00359	
								RSD <sub>WR</sub>	0.07120	
							Zaman dilimi sayısı(k)	% RSD <sub>WR</sub>	7.1197	
							Analizci sayısı (n)	n-1(genel)	11	
								(RSD2)*(n-1)	0.0557587	
								Analizci 1 Ortalama	0.051	
								Analizci 2 Ortalama	0.050	
								Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.199	
								max-min	0.001	
								Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
								%RSD <sub>R</sub>	7.120	
								%HRSD <sub>R</sub>	6.271	
								Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun değil	



Ek Tablo 10. Lahana matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Ni					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		0.05 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Genel ortalama	0.05		
Anal. 1	0.050	0.053	0.052	0.051	0.050	0.049							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000		
Anal. 2	0.050	0.050	0.048	0.048	0.049	0.048							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00002		
Ort.	0.050	0.051	0.050	0.050	0.050	0.048							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000		
													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00002		
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.00481		
													RSD <sub>WR</sub>	0.09661		
													% RSD <sub>WR</sub>	9.6606		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.1026596		
													Zaman dilimi sayısı(k)	6		
													Analizci sayısı (n)	2		
													Analizci 1 Ortalama	0.051		
													Analizci 2 Ortalama	0.049		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min	0.270		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	9.661		
													%HRSD <sub>R</sub>	6.282		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun değil		

ELEMENT:		Ni					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Genel ortalama	0.50		
Anal. 1	0.499	0.488	0.490	0.502	0.501	0.493							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00005		
Anal. 2	0.496	0.492	0.495	0.496	0.502	0.486							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00011		
Ort.	0.498	0.490	0.493	0.499	0.502	0.490							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000		
													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00011		
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.01048		
													RSD <sub>WR</sub>	0.02117		
													% RSD <sub>WR</sub>	2.1171		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.0049305		
													Zaman dilimi sayısı(k)	6		
													Analizci sayısı (n)	2		
													Analizci 1 Ortalama	0.496		
													Analizci 2 Ortalama	0.495		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min	0.059		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	2.117		
													%HRSD <sub>R</sub>	4.446		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

%RSD <sub>R</sub> (pool)	5.7855
%HRSD <sub>R</sub>	4.9070
HORRAT	1.1790

Ek Tablo 10. Lahana matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Ni					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		2.00mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	1.99		
Anal. 1	1.99	2.02	2.01	1.98	2.00	1.98							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00026		
Anal. 2	2.00	1.98	1.99	1.97	2.00	1.98							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00104		
Ort.	1.99	2.00	2.00	1.98	2.00	1.98							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0004		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00104		
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.03218		
													RSD <sub>WR</sub>	0.01615		
													% RSD <sub>WR</sub>	1.6147		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.0028679		
													Zaman dilimi sayısı(k)	6		
													Analizci sayısı (n)	2		
													Analizci 1 Ortalama	2.00		
													Analizci 2 Ortalama	1.99		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.05		
													max-min	0.01		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	1.61		
													%HRSD <sub>R</sub>	3.61		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

ELEMENT:		Pb					GIDA TÜRÜ: LAHANA						EKLENEN:		0.05 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	0.04		
Anal. 1	0.041	0.044	0.042	0.043	0.050	0.040							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001		
Anal. 2	0.042	0.040	0.039	0.040	0.045	0.042							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00003		
Ort.	0.042	0.042	0.041	0.042	0.048	0.041							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00003		
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00583		
													RSD <sub>WR</sub>	0.13724		
													% RSD <sub>WR</sub>	13.7239		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.2071786		
													Zaman dilimi sayısı(k)	6		
													Analizci sayısı (n)	2		
													Analizci 1 Ortalama	0.044		
													Analizci 2 Ortalama	0.041		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.384		
													max-min	0.002		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	13.724		
													%HRSD <sub>R</sub>	6.434		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun değil		





Ek Tablo 10. Lahana matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Cr					GIDA TÜRÜ: LAHANA		EKLENEN: 2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama		2.01	
Anal. 1	2.05	2.01	2.00	1.98	1.99	1.95	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )		0.00163	
Anal. 2	2.05	2.04	1.99	2.01	2.02	1.98	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )		0.00364	
Ort.	2.05	2.02	2.00	2.00	2.01	1.97	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )		-0.0010	
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )		0.00364	
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{wR}$ )		0.06034	
							RSD <sub>wR</sub>		0.03006	
							% RSD <sub>wR</sub>		3.0065	
							n-1(genel)		11	
							(RSD2)*(n-1)		0.0099426	
							Analizci 1 Ortalama		2.00	
							Analizci 2 Ortalama		2.02	
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0.08	
							max-min		0.02	
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü		Uygun	
							%RSD <sub>R</sub>		3.01	
							%HRSD <sub>R</sub>		3.60	
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi		Uygun	
							Zaman dilimi sayısı(k)		6	
							Analizci sayısı (n)		2	
							Uygun		Uygun	

Ek Tablo 11. Un matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT:		Ca					GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN: 0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama		1.88	
Anal. 1	1.87	1.89	1.897	1.874	1.882	1.896	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )		0.00003	
Anal. 2	1.89	1.874	1.88	1.882	1.893	1.872	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )		0.00092	
Ort.	1.88	1.88	1.89	1.88	1.89	1.88	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )		-0.0004	
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )		0.00092	
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{wR}$ )		0.03029	
							RSD <sub>wR</sub>		0.01608	
							% RSD <sub>wR</sub>		1.6078	
							n-1(genel)		11	
							(RSD2)*(n-1)		0.0028436	
							Analizci 1 Ortalama		1.885	
							Analizci 2 Ortalama		1.882	
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0.045	
							max-min		0.003	
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü		Uygun	
							%RSD <sub>R</sub>		1.608	
							%HRSD <sub>R</sub>		3.636	
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi		Uygun	
							Zaman dilimi sayısı(k)		6	
							Analizci sayısı (n)		2	
							Uygun		Uygun	

Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Ca					GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN:		0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	2.41		
Anal. 1	2.41	2.40	2.43	2.42	2.43	2.40			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00010		
Anal. 2	2.41	2.42	2.42	2.41	2.40	2.41			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00069		
Ort.	2.41	2.41	2.43	2.41	2.42	2.41			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0003		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00069		
									Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.02618		
									RSD <sub>WR</sub>	0.01085		
									% RSD <sub>WR</sub>	1.0846		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)*(n-1)	0.0012939		
									Analizci 1 Ortalama	2.415		
									Analizci 2 Ortalama	2.413		
									Tekrarlanabilirlik limiti ( $f(2)=2,8$ )	0.030		
									max-min	0.002		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	1.085		
									%HRSD <sub>R</sub>	3.503		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

%RSD <sub>R</sub> (pool)	1.1461
%HRSD <sub>R</sub>	3.4694
HORRAT	0.3303

ELEMENT:		Ca					GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN:		2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	3.91		
Anal. 1	3.91	3.92	3.90	3.91	3.90	3.91			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00007		
Anal. 2	3.90	3.91	3.92	3.90	3.90	3.90			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00027		
Ort.	3.90	3.92	3.91	3.91	3.90	3.91			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0001		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00027		
									Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.01654		
									RSD <sub>WR</sub>	0.00423		
									% RSD <sub>WR</sub>	0.4231		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)*(n-1)	0.0001969		
									Analizci 1 Ortalama	3.91		
									Analizci 2 Ortalama	3.91		
									Tekrarlanabilirlik limiti ( $f(2)=2,8$ )	0.01		
									max-min	0.00		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	0.42		
									%HRSD <sub>R</sub>	3.26		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

Ek Tablo 11. Un matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT: <b>Na</b> GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: 0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.19
Anal. 1	0.183	0.185	0.187	0.186	0.190	0.186	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000
Anal. 2	0.193	0.190	0.186	0.185	0.189	0.187	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00006
Ort.	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00006
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_wR$ )	0.00767
							RSD <sub>wR</sub>	0.04090
							% RSD <sub>wR</sub>	4.0899
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0184
							Analizci 1 Ortalama	0.186
							Analizci 2 Ortalama	0.188
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.115
							max-min	0.002
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	4.090
							%HRSD <sub>R</sub>	5.146
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

ELEMENT: <b>Na</b> GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: 0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.68
Anal. 1	0.679	0.676	0.680	0.677	0.679	0.681	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000
Anal. 2	0.680	0.682	0.679	0.680	0.681	0.679	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00003
Ort.	0.68	0.68	0.68	0.68	0.68	0.68	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00003
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_wR$ )	0.00556
							RSD <sub>wR</sub>	0.00819
							% RSD <sub>wR</sub>	0.8188
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0007375
							Analizci 1 Ortalama	0.679
							Analizci 2 Ortalama	0.680
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.023
							max-min	0.002
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	0.819
							%HRSD <sub>R</sub>	4.239
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
							%RSD <sub>R</sub> (pool)	2.4735
							%HRSD <sub>R</sub>	4.3629
							HORRAT	0.5669

Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		<b>Na</b>					GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN: 2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama		2.18	
Anal. 1	2.19	2.20	2.18	2.20	2.17	2.19	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )		0.00012	
Anal. 2	2.18	2.18	2.17	2.19	2.18	2.17	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )		0.00046	
Ort.	2.18	2.19	2.18	2.20	2.18	2.18	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )		-0.0002	
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )		0.00046	
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)		0.02137	
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	RSD <sub>WR</sub>		0.00978	
							% RSD <sub>WR</sub>		0.9780	
							n-1(genel)		11	
							(RSD2)*(n-1)		0.0010521	
							Zaman dilimi sayısı(k)		6	
							Analizci sayısı (n)		2	
							Analizci 1 Ortalama		2.19	
							Analizci 2 Ortalama		2.18	
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0.03	
							max-min		0.01	
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü		Uygun	
							%RSD <sub>R</sub>		0.98	
							%HRSD <sub>R</sub>		3.56	
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi		Uygun	

ELEMENT:		<b>K</b>					GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN: 0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama		1.63	
Anal. 1	1.64	1.63	1.62	1.63	1.63	1.63	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )		0.00009	
Anal. 2	1.61	1.63	1.62	1.64	1.62	1.61	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )		0.00079	
Ort.	1.63	1.63	1.62	1.64	1.63	1.62	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )		-0.0003	
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )		0.00079	
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)		0.02810	
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	RSD <sub>WR</sub>		0.01728	
							% RSD <sub>WR</sub>		1.7276	
							n-1(genel)		11	
							(RSD2)*(n-1)		0.0032831	
							Zaman dilimi sayısı(k)		6	
							Analizci sayısı (n)		2	
							Analizci 1 Ortalama		1.630	
							Analizci 2 Ortalama		1.623	
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0.048	
							max-min		0.007	
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü		Uygun	
							%RSD <sub>R</sub>		1.728	
							%HRSD <sub>R</sub>		3.718	
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi		Uygun	

Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		K					GIDA TÜRÜ: UN						EKLENEN:		0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	2.13		
Anal. 1	2.13	2.12	2.13	2.11	2.12	2.14							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00005		
Anal. 2	2.13	2.14	2.13	2.13	2.13	2.13							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00076		
Ort.	2.13	2.13	2.13	2.12	2.13	2.14							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0004		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00076		
Zaman dilimi sayısı(k)							6						Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.02754		
Analizci sayısı (n)							2						RSD <sub>WR</sub>	0.01292		
													% RSD <sub>WR</sub>	1.2924		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.0018374		
													Analizci 1 Ortalama	2.128		
													Analizci 2 Ortalama	2.134		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.036		
													max-min	0.007		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	1.292		
													%HRSD <sub>R</sub>	3.569		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

%RSD <sub>R</sub> (pool)	1.2663
%HRSD <sub>R</sub>	3.5309
HORRAT	0.3586

ELEMENT:		K					GIDA TÜRÜ: UN						EKLENEN:		2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	3.64		
Anal. 1	3.64	3.65	3.66	3.63	3.66	3.63							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00019		
Anal. 2	3.64	3.63	3.65	3.64	3.65	3.64							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00021		
Ort.	3.64	3.64	3.66	3.64	3.66	3.64							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00021		
Zaman dilimi sayısı(k)							6						Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.01436		
Analizci sayısı (n)							2						RSD <sub>WR</sub>	0.00394		
													% RSD <sub>WR</sub>	0.3940		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.0001708		
													Analizci 1 Ortalama	3.65		
													Analizci 2 Ortalama	3.64		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.01		
													max-min	0.00		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	0.39		
													%HRSD <sub>R</sub>	3.29		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		



Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Fe					GIDA TÜRÜ: UN						EKLENEN:		2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Genel ortalama	2.14		
Anal. 1	2.15	2.13	2.14	2.13	2.13	2.15							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00007		
Anal. 2	2.15	2.16	2.15	2.15	2.15	2.14							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00110		
Ort.	2.15	2.15	2.15	2.14	2.14	2.14							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0005		
													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00110		
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{wR}$ )	0.03323		
													RSD <sub>wR</sub>	0.01550		
													% RSD <sub>wR</sub>	1.5500		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.002643		
													Analizci 1 Ortalama	2.14		
													Analizci 2 Ortalama	2.15		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.04		
													max-min	0.01		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	1.55		
													%HRSD <sub>R</sub>	3.57		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		
													Zaman dilimi sayısı(k)	6		
													Analizci sayısı (n)	2		

ELEMENT:		Zn					GIDA TÜRÜ: UN						EKLENEN:		0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Genel ortalama	0.05		
Anal. 1	0.047	0.046	0.045	0.047	0.045	0.048							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000		
Anal. 2	0.046	0.047	0.045	0.048	0.045	0.046							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00000		
Ort.	0.046	0.047	0.045	0.048	0.045	0.047							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.00000		
													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00000		
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{wR}$ )	0.00135		
													RSD <sub>wR</sub>	0.02903		
													% RSD <sub>wR</sub>	2.9033		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.0092719		
													Analizci 1 Ortalama	0.046		
													Analizci 2 Ortalama	0.046		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.081		
													max-min	0.000		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	2.903		
													%HRSD <sub>R</sub>	6.350		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		
													Zaman dilimi sayısı(k)	6		
													Analizci sayısı (n)	2		



Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Cu						GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN: 0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama		0.04		
Anal. 1	0.045	0.046	0.045	0.042	0.043	0.045	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )		0.00000		
Anal. 2	0.044	0.043	0.044	0.045	0.044	0.046	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )		0.00001		
Ort.	0.045	0.045	0.045	0.044	0.044	0.046	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )		0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )		0.00001		
Zaman dilimi sayısı(k)							Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)		0.00351		
Analizci sayısı (n)							RSD <sub>WR</sub>		0.07869		
							% RSD <sub>WR</sub>		7.8692		
							n-1(genel)		11		
							(RSD2)*(n-1)		0.0681164		
							Analizci 1 Ortalama		0.045		
							Analizci 2 Ortalama		0.045		
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min		0.220		
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü		Uygun		
							%RSD <sub>R</sub>		7.869		
							%HRSD <sub>R</sub>		6.389		
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi		Uygun değil		

ELEMENT:		Cu						GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN: 0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama		0.54		
Anal. 1	0.544	0.539	0.540	0.542	0.543	0.544	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )		0.00000		
Anal. 2	0.543	0.545	0.544	0.545	0.545	0.544	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )		0.00003		
Ort.	0.543	0.542	0.542	0.544	0.544	0.544	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )		0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )		0.00003		
Zaman dilimi sayısı(k)							Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)		0.00563		
Analizci sayısı (n)							RSD <sub>WR</sub>		0.01036		
							% RSD <sub>WR</sub>		1.0360		
							n-1(genel)		11		
							(RSD2)*(n-1)		0.0011805		
							Analizci 1 Ortalama		0.542		
							Analizci 2 Ortalama		0.544		
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min		0.029		
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü		Uygun		
							%RSD <sub>R</sub>		1.036		
							%HRSD <sub>R</sub>		4.385		
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi		Uygun		

%RSD <sub>R</sub> (pool)	4.6479
%HRSD <sub>R</sub>	4.9308
HORRAT	0.9426

Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT: <b>Cu</b> GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: 2.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	2.05
<b>Anal. 1</b>	2.05	2.06	2.05	2.06	2.05	2.06	<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00004
<b>Anal. 2</b>	2.04	2.04	2.04	2.04	2.03	2.04	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00076
<b>Ort.</b>	2.04	2.05	2.04	2.05	2.04	2.05	<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	-0.0004
							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{WR}^2</math>)</b>	0.00076
Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.02755
							<b>RSD<sub>WR</sub></b>	0.01346
							<b>% RSD<sub>WR</sub></b>	1.3457
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0019921
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	2.05
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	2.04
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.04
							<b>max-min</b>	0.02
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	1.35
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.59
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun
							<b>Zaman dilimi sayısı(k)</b>	6
							<b>Analizci sayısı (n)</b>	2

ELEMENT: <b>Al</b> GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: 0.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	0.09
<b>Anal. 1</b>	0.088	0.090	0.091	0.088	0.090	0.090	<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00000
<b>Anal. 2</b>	0.092	0.091	0.090	0.089	0.088	0.089	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00002
<b>Ort.</b>	0.090	0.091	0.091	0.089	0.089	0.090	<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	0.0000
							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{WR}^2</math>)</b>	0.00002
Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.00392
							<b>RSD<sub>WR</sub></b>	0.04376
							<b>% RSD<sub>WR</sub></b>	4.3760
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0210647
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.089
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.090
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.123
							<b>max-min</b>	0.000
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	4.376
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	5.750
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun
							<b>Zaman dilimi sayısı(k)</b>	6
							<b>Analizci sayısı (n)</b>	2

Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		AI					GIDA TÜRÜ: UN						EKLENEN:		0.50 mg/L	
Günler		1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	0.59	
Anal. 1		0.587	0.590	0.587	0.587	0.588	0.589							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000	
Anal. 2		0.587	0.588	0.590	0.588	0.587	0.588							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001	
Ort.		0.587	0.589	0.589	0.588	0.588	0.589							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000	
														Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00001	
														Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{wR}$ )	0.00294	
														RSD <sub>wR</sub>	0.00499	
														% RSD <sub>wR</sub>	0.4991	
														n-1(genel)	11	
														(RSD2)*(n-1)	0.000274	
														Zaman dilimi sayısı(k)	6	
														Analizci sayısı (n)	2	
														Analizci 1 Ortalama	0.588	
														Analizci 2 Ortalama	0.588	
														Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.014	
														max-min	0.000	
														Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
														%RSD <sub>R</sub>	0.499	
														%HRSD <sub>R</sub>	4.333	
														Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	

%RSD <sub>R</sub> (pool)	2.6256
%HRSD <sub>R</sub>	4.6426
HORRAT	0.5655

ELEMENT:		AI					GIDA TÜRÜ: UN						EKLENEN:		2.00 mg/L	
Günler		1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	2.09	
Anal. 1		2.09	2.10	2.09	2.08	2.10	2.09							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00003	
Anal. 2		2.09	2.08	2.07	2.09	2.08	2.08							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00056	
Ort.		2.09	2.09	2.08	2.09	2.09	2.08							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0003	
														Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00056	
														Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{wR}$ )	0.02365	
														RSD <sub>wR</sub>	0.01133	
														% RSD <sub>wR</sub>	1.1328	
														n-1(genel)	11	
														(RSD2)*(n-1)	0.0014115	
														Zaman dilimi sayısı(k)	6	
														Analizci sayısı (n)	2	
														Analizci 1 Ortalama	2.09	
														Analizci 2 Ortalama	2.08	
														Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.03	
														max-min	0.01	
														Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
														%RSD <sub>R</sub>	1.13	
														%HRSD <sub>R</sub>	3.58	
														Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	



Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		<b>Mn</b>		GIDA TÜRÜ: UN			EKLENEN:	2.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	2.07	
<b>Anal. 1</b>	2.07	2.08	2.06	2.05	2.07	2.08	<b>Ortalamanın varyansı (S<sub>d</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00016	
<b>Anal. 2</b>	2.07	2.05	2.04	2.06	2.07	2.06	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (S<sub>rep</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00121	
<b>Ort.</b>	2.07	2.07	2.05	2.06	2.07	2.07	<b>Günler arası varyans (S<sub>L</sub><sup>2</sup>)</b>	-0.0005	
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (S<sub>wR</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00121	
Zaman dilimi sayısı(k)							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.03478	
Analizci sayısı (n)							<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.01684	
							<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	1.6838	
							<b>n-1(genel)</b>	11	
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0031189	
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	2.07	
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	2.06	
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min</b>	0.05	
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun	
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	1.68	
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.59	
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun	

ELEMENT:		<b>Cd</b>		GIDA TÜRÜ: UN			EKLENEN:	0.05 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	0.05	
<b>Anal. 1</b>	0.050	0.049	0.051	0.052	0.050	0.051	<b>Ortalamanın varyansı (S<sub>d</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00000	
<b>Anal. 2</b>	0.050	0.048	0.050	0.049	0.049	0.052	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (S<sub>rep</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00001	
<b>Ort.</b>	0.050	0.049	0.051	0.051	0.049	0.052	<b>Günler arası varyans (S<sub>L</sub><sup>2</sup>)</b>	0.0000	
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (S<sub>wR</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00001	
Zaman dilimi sayısı(k)							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.00238	
Analizci sayısı (n)							<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.04745	
							<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	4.7455	
							<b>n-1(genel)</b>	11	
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0247714	
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.051	
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.050	
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min</b>	0.133	
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun	
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	4.745	
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	6.275	
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun	



Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT: Co GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: 0.05 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.05
Anal. 1	0.049	0.052	0.049	0.050	0.052	0.050	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000
Anal. 2	0.051	0.050	0.049	0.051	0.049	0.051	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001
Ort.	0.050	0.051	0.049	0.051	0.050	0.051	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00001
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.00325
							RSD <sub>WR</sub>	0.06451
							% RSD <sub>WR</sub>	6.4508
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0457742
							Analizci 1 Ortalama	0.050
							Analizci 2 Ortalama	0.050
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.181
							max-min	0.000
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	6.451
							%HRSD <sub>R</sub>	6.273
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun değil
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

ELEMENT: Co GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: 0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.50
Anal. 1	0.494	0.496	0.500	0.501	0.499	0.501	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001
Anal. 2	0.497	0.500	0.498	0.498	0.498	0.502	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00002
Ort.	0.496	0.498	0.499	0.500	0.499	0.502	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00002
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.00479
							RSD <sub>WR</sub>	0.00960
							% RSD <sub>WR</sub>	0.9597
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0010131
							Analizci 1 Ortalama	0.499
							Analizci 2 Ortalama	0.499
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.027
							max-min	0.000
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	0.960
							%HRSD <sub>R</sub>	4.441
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

%RSD <sub>R</sub> (pool)	3.9289
%HRSD <sub>R</sub>	4.9011
HORRAT	0.8016

Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Co					GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN:		2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	2.00		
Anal. 1	1.99	2.01	2.00	2.01	2.02	1.99			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00003		
Anal. 2	2.00	1.99	1.98	1.99	1.98	2.00			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00151		
Ort.	1.99	2.00	1.99	2.00	2.00	2.00			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0007		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00151		
									Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.03882		
									RSD <sub>WR</sub>	0.01943		
									% RSD <sub>WR</sub>	1.9431		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)*(n-1)	0.0041534		
									Zaman dilimi sayısı(k)	6		
									Analizci sayısı (n)	2		
									Analizci 1 Ortalama	2.01		
									Analizci 2 Ortalama	1.99		
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min	0.05		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	1.94		
									%HRSD <sub>R</sub>	3.60		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

ELEMENT:		Ni					GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN:		0.05 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	0.05		
Anal. 1	0.050	0.049	0.052	0.050	0.049	0.051			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000		
Anal. 2	0.050	0.051	0.052	0.048	0.049	0.052			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001		
Ort.	0.050	0.050	0.052	0.049	0.049	0.052			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00001		
									Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00326		
									RSD <sub>WR</sub>	0.06491		
									% RSD <sub>WR</sub>	6.4914		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)*(n-1)	0.0463518		
									Zaman dilimi sayısı(k)	6		
									Analizci sayısı (n)	2		
									Analizci 1 Ortalama	0.050		
									Analizci 2 Ortalama	0.050		
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min	0.182		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	6.491		
									%HRSD <sub>R</sub>	6.273		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun değil		

Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT: <b>Ni</b> GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: <b>0.50 mg/L</b>	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	0.50
<b>Anal. 1</b>	0.496	0.500	0.501	0.498	0.501	0.482	<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00005
<b>Anal. 2</b>	0.496	0.497	0.499	0.499	0.502	0.492	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00029
<b>Ort.</b>	0.496	0.499	0.500	0.499	0.502	0.487	<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	-0.0001
							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{WR}^2</math>)</b>	0.00029
							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_W</math>)</b>	0.01694
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	<b>RSD<sub>WR</sub></b>	0.03408
							<b>% RSD<sub>WR</sub></b>	3.4079
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0127749
							<b>Zaman dilimi sayısı(k)</b>	<b>6</b>
							<b>Analizci sayısı (n)</b>	<b>2</b>
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.496
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.498
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min</b>	0.095
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	3.408
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	4.444
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun

<b>%RSD<sub>R</sub> (pool)</b>	4.3751
<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	4.9020
<b>HORRAT</b>	0.8925

ELEMENT: <b>Ni</b> GIDA TÜRÜ: UN							EKLENEN: <b>2.00 mg/L</b>	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	2.00
<b>Anal. 1</b>	2.00	2.00	2.01	2.00	2.00	1.98	<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00008
<b>Anal. 2</b>	2.00	2.00	1.98	2.02	2.00	2.00	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00147
<b>Ort.</b>	2.00	2.00	2.00	2.01	2.00	1.99	<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	-0.0007
							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{WR}^2</math>)</b>	0.00147
							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_W</math>)</b>	0.03832
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	<b>RSD<sub>WR</sub></b>	0.01916
							<b>% RSD<sub>WR</sub></b>	1.9162
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0040389
							<b>Zaman dilimi sayısı(k)</b>	<b>6</b>
							<b>Analizci sayısı (n)</b>	<b>2</b>
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	2.00
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	2.00
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min</b>	0.05
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	1.92
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.60
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun

Ek Tablo 11. Un matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Pb					GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN:		0.05 mg/L			
Günler	1	2	3	4	5	6						Genel ortalama	0.05	
Anal. 1	0.050	0.048	0.051	0.052	0.050	0.049						Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000	
Anal. 2	0.050	0.050	0.050	0.051	0.051	0.051						Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001	
Ort.	0.050	0.049	0.051	0.052	0.051	0.050						Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000	
						Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00001	
						Zaman dilimi sayısı(k)						6	Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00294
						Analizci sayısı (n)						2	RSD <sub>WR</sub>	0.05844
												% RSD <sub>WR</sub>	5.8442	
												n-1(genel)	11	
												(RSD2)*(n-1)	0.0375704	
												Analizci 1 Ortalama	0.050	
												Analizci 2 Ortalama	0.051	
												Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.164	
												max-min	0.000	
												Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
												%RSD <sub>R</sub>	5.844	
												%HRSD <sub>R</sub>	6.273	
												Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	

ELEMENT:		Pb					GIDA TÜRÜ: UN		EKLENEN:		0.50 mg/L			
Günler	1	2	3	4	5	6						Genel ortalama	0.50	
Anal. 1	0.501	0.502	0.499	0.500	0.498	0.497						Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001	
Anal. 2	0.498	0.500	0.494	0.502	0.497	0.500						Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00003	
Ort.	0.500	0.501	0.496	0.501	0.498	0.499						Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000	
						Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00003	
						Zaman dilimi sayısı(k)						6	Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00589
						Analizci sayısı (n)						2	RSD <sub>WR</sub>	0.01180
												% RSD <sub>WR</sub>	1.1800	
												n-1(genel)	11	
												(RSD2)*(n-1)	0.0015316	
												Analizci 1 Ortalama	0.500	
												Analizci 2 Ortalama	0.499	
												Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.033	
												max-min	0.001	
												Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
												%RSD <sub>R</sub>	1.180	
												%HRSD <sub>R</sub>	4.441	
												Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	

%RSD <sub>R</sub> (pool)	3.5581
%HRSD <sub>R</sub>	4.9007
HORRAT	0.7260







Ek Tablo 12. Balık matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerinin devamı

ELEMENT:		<b>Ca</b>					GIDA TÜRÜ: BALIK		EKLENEN: 2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	5.42
Anal. 1	5.42	5.44	5.43	5.42	5.41	5.43			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00003
Anal. 2	5.42	5.40	5.41	5.40	5.42	5.42			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00132
Ort.	5.42	5.42	5.42	5.41	5.42	5.43			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0006
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00132
									Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.03631
									RSD <sub>WR</sub>	0.00670
									% RSD <sub>WR</sub>	0.6700
									n-1(genel)	11
									(RSD2)*(n-1)	0.0004938
									Analizci 1 Ortalama	5.43
									Analizci 2 Ortalama	5.41
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.02
									max-min	0.01
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
									%RSD <sub>R</sub>	0.67
									%HRSD <sub>R</sub>	3.10
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
									Zaman dilimi sayısı(k)	6
									Analizci sayısı (n)	2

ELEMENT:		<b>Mg</b>					GIDA TÜRÜ: BALIK		EKLENEN: 0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	2.76
Anal. 1	2.78	2.75	2.74	2.77	2.75	2.78			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00040
Anal. 2	2.74	2.76	2.73	2.75	2.76	2.78			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00204
Ort.	2.76	2.76	2.74	2.76	2.76	2.78			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0008
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00204
									Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.04513
									RSD <sub>WR</sub>	0.01636
									% RSD <sub>WR</sub>	1.6358
									n-1(genel)	11
									(RSD2)*(n-1)	0.0029433
									Analizci 1 Ortalama	2.764
									Analizci 2 Ortalama	2.754
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.046
									max-min	0.010
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
									%RSD <sub>R</sub>	1.636
									%HRSD <sub>R</sub>	3.433
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
									Zaman dilimi sayısı(k)	6
									Analizci sayısı (n)	2



Ek Tablo 12. Balık matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		K					GIDA TÜRÜ: BALIK						EKLENEN:		0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Genel ortalama	1.78		
Anal. 1	1.79	1.78	1.79	1.77	1.78	1.79							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00009		
Anal. 2	1.76	1.77	1.78	1.77	1.78	1.78							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00103		
Ort.	1.78	1.78	1.79	1.77	1.78	1.79							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0005		
													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00103		
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.03211		
													RSD <sub>WR</sub>	0.01804		
													% RSD <sub>WR</sub>	1.8037		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.0035788		
													Analizci 1 Ortalama	1.784		
													Analizci 2 Ortalama	1.776		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.051		
													max-min	0.008		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	1.804		
													%HRSD <sub>R</sub>	3.667		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		
													Zaman dilimi sayısı(k)	6		
													Analizci sayısı (n)	2		

ELEMENT:		K					GIDA TÜRÜ: BALIK						EKLENEN:		0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Genel ortalama	2.28		
Anal. 1	2.27	2.28	2.27	2.29	2.27	2.29							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00017		
Anal. 2	2.27	2.28	2.27	2.28	2.27	2.28							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00007		
Ort.	2.27	2.28	2.27	2.29	2.27	2.29							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0001		
													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00012		
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.01084		
													RSD <sub>WR</sub>	0.00476		
													% RSD <sub>WR</sub>	0.4760		
													n-1(genel)	11		
													(RSD2)*(n-1)	0.0002492		
													Analizci 1 Ortalama	2.279		
													Analizci 2 Ortalama	2.274		
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.013		
													max-min	0.004		
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub>	0.476		
													%HRSD <sub>R</sub>	3.534		
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		
													%RSD <sub>R</sub> (pool)	1.1284		
													%HRSD <sub>R</sub>	3.4965		
													HORRAT	0.3227		

Ek Tablo 12. Balık matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		<b>K</b>					GIDA TÜRÜ: BALIK		EKLENEN:		2.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>			<b>Genel ortalama</b>	3.76		
<b>Anal. 1</b>	3.75	3.76	3.77	3.75	3.76	3.75			<b>Ortalamanın varyansı (S<sub>a</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00003		
<b>Anal. 2</b>	3.77	3.76	3.76	3.76	3.77	3.77			<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (S<sub>rep</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00048		
<b>Ort.</b>	3.76	3.76	3.77	3.76	3.77	3.76			<b>Günler arası varyans (S<sub>L</sub><sup>2</sup>)</b>	-0.0002		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (S<sub>wR</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00048		
Zaman dilimi sayısı(k)							6		<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.02193		
Analizci sayısı (n)							2		<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.00583		
									<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	0.5828		
									<b>n-1(genel)</b>	11		
									<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.000374		
									<b>Analizci 1 Ortalama</b>	3.76		
									<b>Analizci 2 Ortalama</b>	3.77		
									<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.02		
									<b>max-min</b>	0.01		
									<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun		
									<b>%RSD<sub>R</sub></b>	0.58		
									<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.28		
									<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun		

ELEMENT:		<b>Fe</b>					GIDA TÜRÜ: BALIK		EKLENEN:		0.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>			<b>Genel ortalama</b>	0.22		
<b>Anal. 1</b>	0.217	0.218	0.216	0.218	0.216	0.217			<b>Ortalamanın varyansı (S<sub>a</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00000		
<b>Anal. 2</b>	0.216	0.217	0.216	0.217	0.217	0.216			<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (S<sub>rep</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00000		
<b>Ort.</b>	0.216	0.218	0.216	0.218	0.216	0.217			<b>Günler arası varyans (S<sub>L</sub><sup>2</sup>)</b>	0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (S<sub>wR</sub><sup>2</sup>)</b>	0.00000		
Zaman dilimi sayısı(k)							6		<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.00154		
Analizci sayısı (n)							2		<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.00710		
									<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	0.7096		
									<b>n-1(genel)</b>	11		
									<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.000554		
									<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.217		
									<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.217		
									<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.020		
									<b>max-min</b>	0.000		
									<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun		
									<b>%RSD<sub>R</sub></b>	0.710		
									<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	5.035		
									<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun		



Ek Tablo 12. Balık matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT: <b>Zn</b> GIDA TÜRÜ: BALIK							EKLENEN: <b>0.00 mg/L</b>	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.13
Anal. 1	0.122	0.121	0.120	0.123	0.125	0.126	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001
Anal. 2	0.131	0.125	0.127	0.128	0.130	0.128	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00010
Ort.	0.127	0.123	0.124	0.126	0.128	0.127	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00010
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.01001
							RSD <sub>WR</sub>	0.07958
							% RSD <sub>WR</sub>	7.9584
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.069669
							Analizci 1 Ortalama	0.123
							Analizci 2 Ortalama	0.128
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.223
							max-min	0.005
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	7.958
							%HRSD <sub>R</sub>	5.465
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun değil
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

ELEMENT: <b>Zn</b> GIDA TÜRÜ: BALIK							EKLENEN: <b>0.50 mg/L</b>	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.62
Anal. 1	0.615	0.620	0.618	0.622	0.624	0.626	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00004
Anal. 2	0.613	0.615	0.615	0.612	0.626	0.622	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00015
Ort.	0.614	0.618	0.617	0.617	0.625	0.624	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0001
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00015
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.01238
							RSD <sub>WR</sub>	0.02000
							% RSD <sub>WR</sub>	1.9997
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0043987
							Analizci 1 Ortalama	0.621
							Analizci 2 Ortalama	0.617
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.056
							max-min	0.004
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	2.000
							%HRSD <sub>R</sub>	4.299
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
							%RSD <sub>R</sub> (pool)	4.7410
							%HRSD <sub>R</sub>	4.5138
							HORRAT	1.0503







Ek Tablo 12. Balık matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT: <b>Al</b> GIDA TÜRÜ: BALIK							EKLENEN: 2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	2.05
Anal. 1	2.04	2.05	2.06	2.05	2.04	2.03	Ortalamanın varyansı (S <sub>d</sub> <sup>2</sup> )	0.00010
Anal. 2	2.04	2.02	2.04	2.04	2.06	2.04	Tekrarlanabilirlik varyansı (S <sub>rep</sub> <sup>2</sup> )	0.00119
Ort.	2.04	2.04	2.05	2.05	2.05	2.04	Günler arası varyans (S <sub>L</sub> <sup>2</sup> )	-0.0005
							Tekrarüretilebilirlik varyansı (S <sub>wR</sub> <sup>2</sup> )	0.00119
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.03449
							RSD <sub>wR</sub>	0.01686
							% RSD <sub>wR</sub>	1.6865
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0031286
							Analizci 1 Ortalama	2.05
							Analizci 2 Ortalama	2.04
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.05
							max-min	0.01
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	1.69
							%HRSD <sub>R</sub>	3.59
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

ELEMENT: <b>Mn</b> GIDA TÜRÜ: BALIK							EKLENEN: 0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.02
Anal. 1	0.017	0.020	0.017	0.019	0.018	0.020	Ortalamanın varyansı (S <sub>d</sub> <sup>2</sup> )	0.00000
Anal. 2	0.017	0.019	0.019	0.019	0.019	0.019	Tekrarlanabilirlik varyansı (S <sub>rep</sub> <sup>2</sup> )	0.00001
Ort.	0.017	0.020	0.018	0.019	0.019	0.020	Günler arası varyans (S <sub>L</sub> <sup>2</sup> )	0.0000
							Tekrarüretilebilirlik varyansı (S <sub>wR</sub> <sup>2</sup> )	0.00001
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00233
							RSD <sub>wR</sub>	0.12596
							% RSD <sub>wR</sub>	12.5960
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.1745253
							Analizci 1 Ortalama	0.018
							Analizci 2 Ortalama	0.019
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.353
							max-min	0.000
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	12.596
							%HRSD <sub>R</sub>	7.293
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun değil
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2



Ek Tablo 12. Balık matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT: <b>Cd</b> GIDA TÜRÜ: <b>BALIK</b>							EKLENEN: <b>0.05 mg/L</b>	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	0.050
<b>Anal. 1</b>	0.050	0.051	0.048	0.052	0.049	0.049	<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00000
<b>Anal. 2</b>	0.050	0.049	0.052	0.050	0.049	0.051	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00002
<b>Ort.</b>	0.050	0.050	0.050	0.051	0.049	0.050	<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	0.0000
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{WR}^2</math>)</b>	0.00002
Zaman dilimi sayısı(k)							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.00423
Analizci sayısı (n)							<b>RSD<sub>WR</sub></b>	0.08460
							<b>% RSD<sub>WR</sub></b>	8.4605
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0787372
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.050
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.050
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.237
							<b>max-min</b>	0.001
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	8.460
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	6.278
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun değil

ELEMENT: <b>Cd</b> GIDA TÜRÜ: <b>BALIK</b>							EKLENEN: <b>0.50 mg/L</b>	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>Genel ortalama</b>	0.50
<b>Anal. 1</b>	0.496	0.500	0.498	0.502	0.498	0.496	<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00001
<b>Anal. 2</b>	0.497	0.501	0.499	0.501	0.496	0.497	<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00003
<b>Ort.</b>	0.496	0.501	0.499	0.502	0.497	0.497	<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	0.0000
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{WR}^2</math>)</b>	0.00003
Zaman dilimi sayısı(k)							<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.00588
Analizci sayısı (n)							<b>RSD<sub>WR</sub></b>	0.01179
							<b>% RSD<sub>WR</sub></b>	1.1793
							<b>n-1(genel)</b>	11
							<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0015298
							<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.498
							<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.499
							<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.033
							<b>max-min</b>	0.000
							<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun
							<b>%RSD<sub>R</sub></b>	1.179
							<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	4.442
							<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun

<b>%RSD<sub>R</sub> (pool)</b>	4.9522
<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	4.9037
<b>HORRAT</b>	1.0099

Ek Tablo 12. Balık matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		<b>Cd</b>					GIDA TÜRÜ: BALIK		EKLENEN: 2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama		2.00	
Anal. 1	2.00	1.99	2.00	2.00	2.00	1.99	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )		0.00006	
Anal. 2	2.00	1.99	2.01	2.00	1.99	1.98	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )		0.00024	
Ort.	2.00	1.99	2.00	2.00	2.00	1.99	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )		-0.0001	
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )		0.00024	
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )		0.01549	
							RSD <sub>WR</sub>		0.00776	
							% RSD <sub>WR</sub>		0.7757	
							n-1(genel)		11	
							(RSD2)*(n-1)		0.0006619	
							Analizci 1 Ortalama		2.00	
							Analizci 2 Ortalama		2.00	
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0.02	
							max-min		0.00	
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü		Uygun	
							%RSD <sub>R</sub>		0.78	
							%HRSD <sub>R</sub>		3.60	
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi		Uygun	
							Zaman dilimi sayısı(k)		6	
							Analizci sayısı (n)		2	
							Uygun		Uygun	

ELEMENT:		<b>Co</b>					GIDA TÜRÜ: BALIK		EKLENEN: 0.05 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama		0.05	
Anal. 1	0.050	0.049	0.050	0.051	0.048	0.049	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )		0.00000	
Anal. 2	0.050	0.051	0.050	0.051	0.050	0.050	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )		0.00001	
Ort.	0.050	0.050	0.050	0.051	0.049	0.050	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )		0.00000	
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )		0.00001	
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )		0.00261	
							RSD <sub>WR</sub>		0.05212	
							% RSD <sub>WR</sub>		5.2124	
							n-1(genel)		11	
							(RSD2)*(n-1)		0.0298857	
							Analizci 1 Ortalama		0.050	
							Analizci 2 Ortalama		0.050	
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)		0.146	
							max-min		0.000	
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü		Uygun	
							%RSD <sub>R</sub>		5.212	
							%HRSD <sub>R</sub>		6.278	
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi		Uygun	
							Zaman dilimi sayısı(k)		6	
							Analizci sayısı (n)		2	
							Uygun		Uygun	











Ek Tablo 12. Balık matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Cr					GIDA TÜRÜ: BALIK		EKLENEN:		2.00mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	2.00		
Anal. 1	2.00	2.01	2.00	2.00	2.01	2.00			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001		
Anal. 2	2.00	2.00	2.01	2.00	1.99	2.00			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00042		
Ort.	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0002		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00042		
Zaman dilimi sayısı(k)							6		Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.02059		
Analizci sayısı (n)							2		RSD <sub>WR</sub>	0.01029		
									% RSD <sub>WR</sub>	1.0287		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)*(n-1)	0.0011642		
									Analizci 1 Ortalama	2.00		
									Analizci 2 Ortalama	2.00		
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.03		
									max-min	0.00		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	1.03		
									%HRSD <sub>R</sub>	3.60		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

Ek Tablo 13. Meyve Suyu matriksinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verileri

ELEMENT:		Ca					GIDA TÜRÜ: M. SUYU		EKLENEN:		0.00mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	1.04		
Anal. 1	1.04	1.04	1.03	1.03	1.04	1.05			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00006		
Anal. 2	1.04	1.05	1.04	1.03	1.04	1.04			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00043		
Ort.	1.04	1.05	1.04	1.03	1.04	1.05			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0002		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00043		
Zaman dilimi sayısı(k)							6		Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.02080		
Analizci sayısı (n)							2		RSD <sub>WR</sub>	0.01999		
									% RSD <sub>WR</sub>	1.9989		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)*(n-1)	0.0043952		
									Analizci 1 Ortalama	1.040		
									Analizci 2 Ortalama	1.042		
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.056		
									max-min	0.002		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	1.999		
									%HRSD <sub>R</sub>	3.976		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		



Ek Tablo 13. Meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT: <b>Mg</b> GIDA TÜRÜ: M. SUYU							EKLENEN: 0.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	1.122
Anal. 1	1.117	1.133	1.120	1.123	1.132	1.120	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00008
Anal. 2	1.119	1.124	1.132	1.122	1.114	1.102	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00035
Ort.	1.118	1.129	1.126	1.122	1.123	1.111	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0001
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00035
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.01870
							RSD <sub>WR</sub>	0.01667
							% RSD <sub>WR</sub>	1.6673
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0030577
							Analizci 1 Ortalama	1.124
							Analizci 2 Ortalama	1.119
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.047
							max-min	0.005
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	1.667
							%HRSD <sub>R</sub>	3.931
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

ELEMENT: <b>Mg</b> GIDA TÜRÜ: M. SUYU							EKLENEN: 0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	1.617
Anal. 1	1.614	1.613	1.620	1.623	1.624	1.615	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00003
Anal. 2	1.614	1.615	1.611	1.616	1.623	1.612	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00010
Ort.	1.614	1.614	1.616	1.619	1.624	1.614	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00010
							Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.01001
							RSD <sub>WR</sub>	0.00619
							% RSD <sub>WR</sub>	0.6192
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0004218
							Analizci 1 Ortalama	1.618
							Analizci 2 Ortalama	1.615
							Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.017
							max-min	0.003
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	0.619
							%HRSD <sub>R</sub>	3.721
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

%RSD <sub>R</sub> (pool)	1.0333
%HRSD <sub>R</sub>	3.6818
HORRAT	0.2806





Ek Tablo 13. Meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		K					GIDA TÜRÜ: M. SUYU						EKLENEN:		0.00 mg/L	
Günler		1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	1.15	
Anal. 1		1.164	1.155	1.150	1.152	1.147	1.142							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000	
Anal. 2		1.136	1.141	1.146	1.140	1.151	1.150							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00060	
Ort.		1.150	1.148	1.148	1.146	1.149	1.146							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0003	
		Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00060	
														Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.02445	
														RSD <sub>WR</sub>	0.02130	
														% RSD <sub>WR</sub>	2.1297	
														n-1(genel)	11	
														(RSD2)*(n-1)	0.0049893	
														Analizci 1 Ortalama	1.152	
														Analizci 2 Ortalama	1.144	
														Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.060	
														max-min	0.008	
														Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
														%RSD <sub>R</sub>	2.130	
														%HRSD <sub>R</sub>	3.918	
														Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	
														Zaman dilimi sayısı(k)	6	
														Analizci sayısı (n)	2	

ELEMENT:		K					GIDA TÜRÜ: M. SUYU						EKLENEN:		0.50 mg/L	
Günler		1	2	3	4	5	6							Genel ortalama	1.666	
Anal. 1		1.667	1.670	1.665	1.670	1.660	1.668							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001	
Anal. 2		1.665	1.662	1.667	1.664	1.664	1.671							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00007	
Ort.		1.666	1.666	1.666	1.667	1.662	1.670							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000	
		Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00007	
														Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.00820	
														RSD <sub>WR</sub>	0.00492	
														% RSD <sub>WR</sub>	0.4921	
														n-1(genel)	11	
														(RSD2)*(n-1)	0.0002663	
														Analizci 1 Ortalama	1.667	
														Analizci 2 Ortalama	1.666	
														Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.014	
														max-min	0.001	
														Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun	
														%RSD <sub>R</sub>	0.492	
														%HRSD <sub>R</sub>	3.704	
														Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun	
														Zaman dilimi sayısı(k)	6	
														Analizci sayısı (n)	2	

%RSD <sub>R</sub> (pool)	1.2704
%HRSD <sub>R</sub>	3.6688
HORRAT	0.3463



Ek Tablo 13. Meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerinin devamı

ELEMENT:		Fe						GIDA TÜRÜ: M. SUYU						EKLENEN:		0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6							Genel ortalama				
Anal. 1	0.629	0.630	0.632	0.630	0.632	0.631							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001			
Anal. 2	0.627	0.626	0.628	0.629	0.633	0.633							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00003			
Ort.	0.628	0.628	0.630	0.629	0.633	0.632							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000			
													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00003			
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00506			
													RSD <sub>WR</sub>	0.00803			
													% RSD <sub>WR</sub>	0.8025			
													n-1(genel)	11			
													(RSD2)*(n-1)	0.0007085			
													Analizci 1 Ortalama	0.631			
													Analizci 2 Ortalama	0.629			
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.022			
													max-min	0.001			
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun			
													%RSD <sub>R</sub>	0.803			
													%HRSD <sub>R</sub>	4.288			
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun			

%RSD <sub>R</sub> (pool)	3.0567
%HRSD <sub>R</sub>	4.5155
HORRAT	0.6769

ELEMENT:		Fe						GIDA TÜRÜ: M. SUYU						EKLENEN:		2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6							Genel ortalama				
Anal. 1	2.126	2.122	2.129	2.125	2.128	2.125							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001			
Anal. 2	2.126	2.125	2.130	2.127	2.130	2.123							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001			
Ort.	2.126	2.124	2.129	2.126	2.129	2.124							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000			
													Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00001			
													Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00336			
													RSD <sub>WR</sub>	0.00158			
													% RSD <sub>WR</sub>	0.1578			
													n-1(genel)	11			
													(RSD2)*(n-1)	2.74E-05			
													Analizci 1 Ortalama	2.13			
													Analizci 2 Ortalama	2.13			
													Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.00			
													max-min	0.00			
													Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun			
													%RSD <sub>R</sub>	0.16			
													%HRSD <sub>R</sub>	3.57			
													Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun			

Ek Tablo 13. Meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		<b>Zn</b>					GIDA TÜRÜ: M. SUYU		EKLENEN:		<b>0.05 mg/L</b>	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	0.050		
Anal. 1	0.051	0.052	0.049	0.050	0.048	0.050			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000		
Anal. 2	0.049	0.050	0.048	0.050	0.051	0.050			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001		
Ort.	0.050	0.051	0.049	0.050	0.050	0.050			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00001		
Zaman dilimi sayısı(k)							6		Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.00303		
Analizci sayısı (n)							2		RSD <sub>WR</sub>	0.06063		
									% RSD <sub>WR</sub>	6.0634		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)*(n-1)	0.0404418		
									Analizci 1 Ortalama	0.050		
									Analizci 2 Ortalama	0.050		
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.170		
									max-min	0.000		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	6.063		
									%HRSD <sub>R</sub>	6.279		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

ELEMENT:		<b>Zn</b>					GIDA TÜRÜ: M. SUYU		EKLENEN:		<b>0.50 mg/L</b>	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	0.498		
Anal. 1	0.500	0.502	0.498	0.500	0.502	0.497			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001		
Anal. 2	0.497	0.500	0.495	0.495	0.498	0.495			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00003		
Ort.	0.498	0.501	0.496	0.498	0.500	0.496			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00003		
Zaman dilimi sayısı(k)							6		Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{WR}$ )	0.00573		
Analizci sayısı (n)							2		RSD <sub>WR</sub>	0.01151		
									% RSD <sub>WR</sub>	1.1507		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)*(n-1)	0.0014566		
									Analizci 1 Ortalama	0.500		
									Analizci 2 Ortalama	0.497		
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.032		
									max-min	0.003		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	1.151		
									%HRSD <sub>R</sub>	4.442		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		

%RSD <sub>R</sub> (pool)	3.5907
%HRSD <sub>R</sub>	4.9043
HORRAT	0.7322







Ek Tablo 13. Meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerinin devamı

ELEMENT:		<b>Al</b>						GIDA TÜRÜ:		M. SUYU						EKLENEN:	2.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>							<b>Genel ortalama</b>	2.080				
<b>Anal. 1</b>	2.079	2.081	2.078	2.081	2.078	2.079							<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00000				
<b>Anal. 2</b>	2.080	2.082	2.080	2.080	2.081	2.081							<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00001				
<b>Ort.</b>	2.079	2.082	2.079	2.081	2.080	2.080							<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	0.0000				
							Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{wR}^2</math>)</b>	0.00001				
							Zaman dilimi sayısı(k)						6	<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_{wR}</math>)</b>	0.00301			
							Analizci sayısı (n)						2	<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.00145			
														<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	0.1446			
														<b>n-1(genel)</b>	11			
														<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.000023			
														<b>Analizci 1 Ortalama</b>	2.08			
														<b>Analizci 2 Ortalama</b>	2.08			
														<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min</b>	0.00			
														<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun			
														<b>%RSD<sub>R</sub></b>	0.14			
														<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.58			
														<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun			

ELEMENT:		<b>Mn</b>						GIDA TÜRÜ:		M. SUYU						EKLENEN:	0.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>							<b>Genel ortalama</b>	0.023				
<b>Anal. 1</b>	0.023	0.024	0.022	0.024	0.025	0.023							<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00000				
<b>Anal. 2</b>	0.023	0.023	0.023	0.023	0.024	0.023							<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00000				
<b>Ort.</b>	0.023	0.024	0.023	0.024	0.025	0.023							<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	0.0000				
							Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{wR}^2</math>)</b>	0.00000				
							Zaman dilimi sayısı(k)						6	<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (<math>S_{wR}</math>)</b>	0.00143			
							Analizci sayısı (n)						2	<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.06112			
														<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	6.1121			
														<b>n-1(genel)</b>	11			
														<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0410934			
														<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.024			
														<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.023			
														<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min</b>	0.000			
														<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun			
														<b>%RSD<sub>R</sub></b>	6.112			
														<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	7.036			
														<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun			

Ek Tablo 13. Meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Mn					GIDA TÜRÜ: M. SUYU						EKLENEN:		0.50mg/L						
Günler		1	2	3	4	5	6	Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Genel ortalama	0.518						
Anal. 1		0.516	0.521	0.519	0.520	0.517	0.518							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001						
Anal. 2		0.516	0.520	0.517	0.518	0.515	0.519							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001						
Ort.		0.516	0.521	0.518	0.519	0.516	0.519							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000						
								Zaman dilimi sayısı(k)						6							
								Analizci sayısı (n)						2							
														RSD <sub>wR</sub>	0.00555						
														% RSD <sub>wR</sub>	0.5548						
														n-1(genel)	11						
														(RSD2)*(n-1)	0.0003386						
														Analizci 1 Ortalama	0.519						
														Analizci 2 Ortalama	0.517						
														Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.016						
														max-min	0.001						
														Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun						
														%RSD <sub>R</sub>	0.555						
														%HRSD <sub>R</sub>	4.416						
														Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun						

%RSD <sub>R</sub> (pool)	3.5442
%HRSD <sub>R</sub>	5.2269
HORRAT	0.6781

ELEMENT:		Mn					GIDA TÜRÜ: M. SUYU						EKLENEN:		2.00 mg/L						
Günler		1	2	3	4	5	6	Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun						Genel ortalama	2.017						
Anal. 1		2.016	2.020	2.019	2.018	2.016	2.018							Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000						
Anal. 2		2.016	2.017	2.018	2.016	2.015	2.020							Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001						
Ort.		2.016	2.019	2.019	2.017	2.016	2.019							Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000						
														Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00001						
														Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00281						
														RSD <sub>wR</sub>	0.00139						
														% RSD <sub>wR</sub>	0.1392						
														n-1(genel)	11						
														(RSD2)*(n-1)	2.13E-05						
														Analizci 1 Ortalama	2.02						
														Analizci 2 Ortalama	2.02						
														Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)	0.00						
														max-min	0.00						
														Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun						
														%RSD <sub>R</sub>	0.14						
														%HRSD <sub>R</sub>	3.60						
														Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun						

Ek Tablo 13. Meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Co					GIDA TÜRÜ: M. SUYU		EKLENEN: 0.05 mg/L		
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama			0.05	
Anal. 1	0.050	0.052	0.049	0.050	0.050	0.047	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )			0.00000	
Anal. 2	0.050	0.051	0.048	0.052	0.049	0.048	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )			0.00002	
Ort.	0.050	0.052	0.049	0.051	0.049	0.048	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )			0.0000	
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )			0.00002	
Zaman dilimi sayısı(k)							6	Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)			0.00472
Analizci sayısı (n)							2	RSD <sub>wR</sub>			0.09476
								% RSD <sub>wR</sub>			9.4763
								n-1(genel)			11
								(RSD2)*(n-1)			0.098781
								Analizci 1 Ortalama			0.050
								Analizci 2 Ortalama			0.050
								Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)			0.265
								max-min			0.000
								Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü			Uygun
								%RSD <sub>R</sub>			9.476
								%HRSD <sub>R</sub>			6.284
								Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi			Uygun değil

ELEMENT:		Co					GIDA TÜRÜ: M. SUYU		EKLENEN: 0.50 mg/L		
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama			0.499	
Anal. 1	0.496	0.495	0.505	0.506	0.491	0.500	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )			0.00002	
Anal. 2	0.501	0.503	0.490	0.501	0.496	0.496	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )			0.00020	
Ort.	0.499	0.499	0.498	0.504	0.494	0.498	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )			-0.0001	
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )			0.00020	
Zaman dilimi sayısı(k)							6	Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)			0.01421
Analizci sayısı (n)							2	RSD <sub>wR</sub>			0.02850
								% RSD <sub>wR</sub>			2.8499
								n-1(genel)			11
								(RSD2)*(n-1)			0.008934
								Analizci 1 Ortalama			0.499
								Analizci 2 Ortalama			0.498
								Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)			0.080
								max-min			0.001
								Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü			Uygun
								%RSD <sub>R</sub>			2.850
								%HRSD <sub>R</sub>			4.442
								Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi			Uygun

%RSD <sub>R</sub> (pool)	5.7628
%HRSD <sub>R</sub>	4.9057
HORRAT	1.1747

Ek Tablo 13. Meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Co					GIDA TÜRÜ: M. SUYU		EKLENEN:		2.00 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>			<b>Genel ortalama</b>	2.001		
<b>Anal. 1</b>	1.994	1.999	2.012	2.003	1.996	2.012			<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00007		
<b>Anal. 2</b>	1.993	2.022	1.992	1.995	2.001	1.996			<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00068		
<b>Ort.</b>	1.994	2.011	2.002	1.999	1.999	2.004			<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	-0.0003		
									<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{wR}^2</math>)</b>	0.00068		
									<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.02615		
									<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.01307		
									<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	1.3068		
									<b>n-1(genel)</b>	11		
									<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.0018785		
									<b>Analizci 1 Ortalama</b>	2.00		
									<b>Analizci 2 Ortalama</b>	2.00		
									<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.04		
									<b>max-min</b>	0.00		
									<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun		
									<b>%RSD<sub>R</sub></b>	1.31		
									<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	3.60		
									<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun		
									<b>Zaman dilimi sayısı(k)</b>	6		
									<b>Analizci sayısı (n)</b>	2		

ELEMENT:		Ni					GIDA TÜRÜ: M. SUYU		EKLENEN:		0.05 mg/L	
<b>Günler</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>			<b>Genel ortalama</b>	0.050		
<b>Anal. 1</b>	0.051	0.049	0.048	0.050	0.051	0.050			<b>Ortalamanın varyansı (<math>S_d^2</math>)</b>	0.00000		
<b>Anal. 2</b>	0.051	0.048	0.050	0.050	0.050	0.050			<b>Tekrarlanabilirlik varyansı (<math>S_{rep}^2</math>)</b>	0.00000		
<b>Ort.</b>	0.051	0.049	0.050	0.050	0.051	0.050			<b>Günler arası varyans (<math>S_L^2</math>)</b>	0.0000		
									<b>Tekrarüretilebilirlik varyansı (<math>S_{wR}^2</math>)</b>	0.00000		
									<b>Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)</b>	0.00173		
									<b>RSD<sub>wR</sub></b>	0.03470		
									<b>% RSD<sub>wR</sub></b>	3.4704		
									<b>n-1(genel)</b>	11		
									<b>(RSD2)*(n-1)</b>	0.013248		
									<b>Analizci 1 Ortalama</b>	0.050		
									<b>Analizci 2 Ortalama</b>	0.050		
									<b>Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8)</b>	0.097		
									<b>max-min</b>	0.000		
									<b>Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü</b>	Uygun		
									<b>%RSD<sub>R</sub></b>	3.470		
									<b>%HRSD<sub>R</sub></b>	6.282		
									<b>Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi</b>	Uygun		
									<b>Zaman dilimi sayısı(k)</b>	6		
									<b>Analizci sayısı (n)</b>	2		



Ek Tablo 13. Meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT:		Pb					GIDA TÜRÜ: M. SUYU		EKLENEN:		0.05 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	0.05		
Anal. 1	0.051	0.050	0.052	0.050	0.050	0.052			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00000		
Anal. 2	0.051	0.051	0.054	0.050	0.051	0.051			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001		
Ort.	0.051	0.051	0.053	0.050	0.050	0.052			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00001		
									Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.00280		
									RSD <sub>WR</sub>	0.05489		
									% RSD <sub>WR</sub>	5.4890		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)*(n-1)	0.0331423		
									Analizci 1 Ortalama	0.051		
									Analizci 2 Ortalama	0.051		
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min	0.154		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	5.489		
									%HRSD <sub>R</sub>	6.260		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		
									Zaman dilimi sayısı(k)	6		
									Analizci sayısı (n)	2		

ELEMENT:		Pb					GIDA TÜRÜ: M. SUYU		EKLENEN:		0.50 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6			Genel ortalama	0.50		
Anal. 1	0.499	0.502	0.510	0.496	0.500	0.506			Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00002		
Anal. 2	0.501	0.500	0.502	0.498	0.504	0.492			Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00014		
Ort.	0.500	0.501	0.506	0.497	0.502	0.499			Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0001		
Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun Uygun									Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{WR}^2$ )	0.00014		
									Tekrarüretilebilirlik standart sapması (SwR)	0.01188		
									RSD <sub>WR</sub>	0.02371		
									% RSD <sub>WR</sub>	2.3715		
									n-1(genel)	11		
									(RSD2)*(n-1)	0.0061864		
									Analizci 1 Ortalama	0.502		
									Analizci 2 Ortalama	0.500		
									Tekrarlanabilirlik limiti (f(2)=2,8) max-min	0.066		
									Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun		
									%RSD <sub>R</sub>	2.371		
									%HRSD <sub>R</sub>	4.439		
									Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun		
									Zaman dilimi sayısı(k)	6		
									Analizci sayısı (n)	2		

%RSD <sub>R</sub> (pool)	3.5244
%HRSD <sub>R</sub>	4.8945
HORRAT	0.7201

Ek Tablo 13. Meyve suyu matrisinde çalışılan metaller için tekrarüretilebilirlik çalışması verilerin devamı

ELEMENT: <b>Pb</b> GIDA TÜRÜ: M. SUYU							EKLENEN: 2.00 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	2.007
Anal. 1	1.993	1.994	2.021	2.023	1.996	2.023	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00046
Anal. 2	1.991	1.996	2.042	2.001	1.995	2.001	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00061
Ort.	1.992	1.995	2.032	2.012	1.996	2.012	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	-0.0001
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00061
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{wR}$ )	0.02467
							RSD <sub>wR</sub>	0.01230
							% RSD <sub>wR</sub>	1.2296
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.001663
							Analizci 1 Ortalama	2.01
							Analizci 2 Ortalama	2.00
							Tekrarlanabilirlik limiti ( $f(2)=2,8$ )	0.03
							max-min	0.00
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	1.23
							%HRSD <sub>R</sub>	3.60
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2

ELEMENT: <b>Cr</b> GIDA TÜRÜ: M. SUYU							EKLENEN: 0.05 mg/L	
Günler	1	2	3	4	5	6	Genel ortalama	0.050
Anal. 1	0.050	0.052	0.050	0.050	0.051	0.046	Ortalamanın varyansı ( $S_d^2$ )	0.00001
Anal. 2	0.050	0.049	0.051	0.048	0.052	0.047	Tekrarlanabilirlik varyansı ( $S_{rep}^2$ )	0.00001
Ort.	0.050	0.051	0.051	0.049	0.052	0.047	Günler arası varyans ( $S_L^2$ )	0.0000
							Tekrarüretilebilirlik varyansı ( $S_{wR}^2$ )	0.00001
	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Uygun	Tekrarüretilebilirlik standart sapması ( $S_{wR}$ )	0.00371
							RSD <sub>wR</sub>	0.07449
							% RSD <sub>wR</sub>	7.4493
							n-1(genel)	11
							(RSD2)*(n-1)	0.0610407
							Analizci 1 Ortalama	0.050
							Analizci 2 Ortalama	0.050
							Tekrarlanabilirlik limiti ( $f(2)=2,8$ )	0.209
							max-min	0.000
							Tekrarüretilebilirlik limitine uygunluk kontrolü	Uygun
							%RSD <sub>R</sub>	7.449
							%HRSD <sub>R</sub>	6.284
							Tekrarüretilebilirlik uygunluk değerlendirilmesi	Uygun değil
							Zaman dilimi sayısı(k)	6
							Analizci sayısı (n)	2



Ek Tablo 14. Lahana matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçları

TOPLAM BELİRSİZLİK	Lahana	Mg	
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,53	0,84	0,008
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,017
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,02	0,016
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,05</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK	Lahana	Na	
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,30	0,96	0,010
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,018
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,02	0,020
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,06</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK	Lahana	K	
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,40	0,84	0,008
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,017
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,011
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,04</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK	Lahana	Fe	
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,21	0,87	0,009
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,019
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,02	0,024
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,06</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 14. Lahana matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		Lahana	Zn
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,42	1,05	0,010
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,014
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,04	0,039
Relatif birleşik belirsizlik=			0,04
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,08</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Lahana	Cu
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,52	0,44	0,004
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,017
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,05	0,046
Relatif birleşik belirsizlik=			0,05
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,10</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Lahana	Al
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,63	0,57	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,012
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,05	0,053
Relatif birleşik belirsizlik=			0,05
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,11</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Lahana	Mn
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,28	0,55	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,016
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,03	0,028
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,06</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 14. Lahana matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		Lahana	Cd
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,23	0,43	0,004
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,012
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,05	0,051
Relatif birleşik belirsizlik=			0,05
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,10</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Lahana	Co
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,95	0,48	0,005
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,011
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,05	0,046
Relatif birleşik belirsizlik=			0,05
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,09</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Lahana	Ni
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,54	0,56	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,005
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,06	0,058
Relatif birleşik belirsizlik=			0,06
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,12</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Lahana	Pb
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,81	0,43	0,004
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,014
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,08	0,080
Relatif birleşik belirsizlik=			0,08
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,16</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 14. Lahana matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		Lahana	Cr
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,61	0,32	0,003
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,008
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,08	0,083
Relatif birleşik belirsizlik=			0,08
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,17</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 15. Un matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçları

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Ca
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,78	0,65	0,007
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,018
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,012
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,05</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Na
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,25	0,97	0,010
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,015
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,02	0,025
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,06</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	K
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,02	1,09	0,011
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,017
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,013
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,05</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 15. Un matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Fe
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,39	0,64	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,019
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,02	0,015
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,05</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Zn
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,77	0,85	0,008
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,008
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,02	0,018
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,04</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un"	Cu
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,16	0,53	0,005
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,007
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,05	0,047
Relatif birleşik belirsizlik=			0,05
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,09</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Al
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,10	0,43	0,004
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,00	0,004
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,03	0,026
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,05</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 15. Un matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Mn
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,27	0,54	0,005
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,012
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,02	0,020
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,05</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Cd
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,77	0,53	0,005
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,005
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,03	0,028
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,06</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Co
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,74	0,59	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,015
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,04	0,039
Relatif birleşik belirsizlik=			0,04
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,08</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Ni
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,79	0,55	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,011
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,04	0,044
Relatif birleşik belirsizlik=			0,05
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,09</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 15. Un matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Pb
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,02	0,55	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,016
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,04	0,036
Relatif birleşik belirsizlik=			0,04
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,08</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Un	Cr
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,59	0,56	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,016
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,03	0,030
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,07</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 16. Balık matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçları

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balık	Ca
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,08	0,59	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,017
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,02	0,015
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,05</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Mg

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balık	Mg
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,84	0,72	0,007
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,016
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,011
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,04</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 16. Balık matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balk	K
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,23	0,73	0,007
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,018
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,011
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,04</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balk	Fe
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	101,02	0,45	0,004
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,00	0,005
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,006
Relatif birleşik belirsizlik=			0,01
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,02</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balk	Zn
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,92	1,97	0,019
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,00	0,005
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,05	0,047
Relatif birleşik belirsizlik=			0,05
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,10</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balk	Cu
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,97	0,49	0,005
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,007
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,04	0,043
Relatif birleşik belirsizlik=			0,04
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,09</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 16. Balık matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balık	Al
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,68	0,41	0,004
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,00	0,003
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,03	0,033
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,07</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balık	Mn
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,50	0,42	0,004
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,006
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,07	0,073
Relatif birleşik belirsizlik=			0,07
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,15</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balık	Cd
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,62	0,64	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,00	0,004
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,05	0,050
Relatif birleşik belirsizlik=			0,05
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,10</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balık	Co
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,92	0,61	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,011
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,03	0,032
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,07</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 16. Balık matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balık	Ni
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,01	0,51	0,005
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,00	0,002
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,05	0,049
Relatif birleşik belirsizlik=			0,05
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,10</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balık	Pb
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,27	0,47	0,005
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,006
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,03	0,031
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,06</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		Balık	Cr
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,89	0,66	0,007
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,010
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,03	0,030
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,06</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 17. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçları

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Ca
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,85	0,59	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,017
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,013
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,04</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 17. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Mg
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,47	0,41	0,004
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,016
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,010
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,04</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Na
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,04	0,56	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,02	0,018
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,01	0,006
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,04</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Fe
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,42	0,49	0,005
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,009
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,03	0,031
Relatif birleşik belirsizlik=			0,03
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,06</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Zn
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,71	0,56	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,006
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,04	0,036
Relatif birleşik belirsizlik=			0,04
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,07</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 17. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Cu
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,81	0,41	0,004
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,00	0,005
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,10	0,095
Relatif birleşik belirsizlik=			0,10
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,19</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Al
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,85	0,41	0,004
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,007
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,02	0,017
Relatif birleşik belirsizlik=			0,02
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,04</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Mn
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,88	0,58	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,00	0,004
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,04	0,035
Relatif birleşik belirsizlik=			0,04
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,07</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Cd
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,41	0,55	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,006
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,03	0,034
Relatif birleşik belirsizlik=			0,04
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,07</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

Ek Tablo 17. Meyve suyu matrisinde çalışılan metallerin genişletilmiş ölçüm belirsizliği sonuçlarının devamı

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Co
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,70	0,53	0,005
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,007
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,06	0,058
Relatif birleşik belirsizlik=			0,06
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,12</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Ni
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,56	0,32	0,003
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,005
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,04	0,036
Relatif birleşik belirsizlik=			0,04
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,07</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Pb
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	100,47	0,25	0,003
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,007
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,04	0,035
Relatif birleşik belirsizlik=			0,04
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,07</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

TOPLAM BELİRSİZLİK		M. Suyu	Cr
Parametre	Değer (X)	u(X)	u(X)/X
Gerçeklik (bias)	99,69	0,55	0,006
Tekrarlanabilirlik	1,00	0,01	0,013
Tekrarüretilebilirlik	1,00	0,04	0,045
Relatif birleşik belirsizlik=			0,05
U (*Genişletilmiş relatif birleşik belirsizlik (hesaplanan))=			<b>0,09</b>

\*%95 güven aralığı, k=2

## ÖZGEÇMİŞ

Özgür Şevki ÖZKAN, 2001 yılında Samsun Atatürk İlköğretim Okulu'nda ilköğretimini tamamladı, 2004 Samsun Mitatpaşa Lisesi'nde Lise öğrenimini tamamladı, 2005 yılında Samsun Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Bölümü'nü kazandı, 27.07.2010 Gıda Mühendisliği Bölümü'nde lisans eğitimini tamamladı, 27.12.2017 Gümüşhane Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Gıda Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans eğitimine başladı, Yüksek Lisans eğitimine halen devam etmektedir,

