

2017 YILI 2. Dönem

Aritma Çamuru/Toprak/Sediment

PAH YETERLİLİK TEST RAPORU

Rapor No: 02-2017

Raporu Hazırlayan
Çevre ve Şehircilik Bakanlığı
ÇED, İzin ve Denetim Genel Müdürlüğü
Laboratuvar Ölçüm ve İzleme Dairesi Başkanlığı
Yeterlik ve Kalite Şube Müdürlüğü
Yeterlilik Testi Düzenleme Tarihi: 08-24/11/2017
Rapor Tarihi: 30.12.2017

İÇİNDEKİLER

1. ÇALIŞMANIN AMACI.....	3
2. ÇALIŞMA PROGRAMI.....	3-4
3. KULLANILAN METOTLAR	4
4. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI.....	4
5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	4
6 YETERLİLİK TESTİ KATILIMCI LİSTESİ.....	18
7. KAYNAKLAR	18

Tablolar

TABLO 1. Atanmış Değerler ve Standart Sapma Değerleri	5
TABLO-2 Laboratuvarlardan Gelen Analiz Sonuçları ve Metotlar.....	6
TABLO-3 z skor Dağılımı.....	6
TABLO- 4 Parametrelerdeki Başarı Yüzde Tablosu.....	7
TABLO-5-14 Parametre z Skor Tablosu ve z Skor Grafikleri.....	8-17

1.ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmanın amacı, Bakanlığımız, Çevre Ölçüm ve Analiz Laboratuvarları Yeterlik Yönetmeliği'nin 35. maddesi "Uzaktan denetim, yeterlik ve karşılaştırma testleri" kapsamında; **arıtma çamuru/toprak/sediment** matrislerinde GC ya da HPLC cihazları ile çalışan laboratuvarlara, **Acenaphthene, Acenaphthylene, Anthracene, Benzo[a]anthracene, Benzo[a] pyrene, Benzo[b] fluoranthene, Benzo[ghi] perylene, Benzo[k] fluoranthene, Naphthalene ve Phenanthrene**, 10 adet PAH parametresinde analiz performanslarını karşılaştırmak ve bu analiz sonuçlarının karşılaştırılabilirliğini belirlemektir. Laboratuvarın yaptığı test ve ölçümlerin güvenilirliği, yaptığı ölçümlerin doğruluğu ve tekrarlanabilirliği ile belirlenir. Düzenlenen bu yeterlilik test çalışması ile laboratuvarların performanslarını değerlendirme ve geliştirme yönünde katkı sağlanması amaçlanmaktadır.

Laboratuvar yeterlilik testleri, test ve ölçüm yapan laboratuvarların performansının belirlenmesinde, aynı analizi yapan laboratuvar sonuçlarının karşılaştırılması ve aralarındaki farkın değerlendirilmesinde önemli bir araçtır.

Bu çerçevede Bakanlığımızca, yönetmeliğin 35. maddesi "Uzaktan denetim, yeterlik ve karşılaştırma testleri" kapsamında **arıtma çamuru/toprak/sediment** matrislerinde GC ya da HPLC cihazları ile çalışan laboratuvarlara **Acenaphthene, Acenaphthylene, Anthracene, Benzo[a]anthracene, Benzo[a] pyrene, Benzo[b] fluoranthene, Benzo[ghi] perylene, Benzo[k] fluoranthene, Naphthalene ve Phenanthrene**, 10 adet PAH parametresinde yeterlilik testi organize edilmiş ve 10 laboratuvardan sonuçlar alınmıştır.

2.ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışma organizasyonu, yetkili laboratuvarlara dağıtımli yazı ile duyurulmuş, aynı zamanda Bakanlık resmi internet sitesinin duyurular bölümünde yayımlanmıştır. **Yazının ekinde, Ek 1 İstenen Kayıt ve Dokümanlar (1 adet-1 sayfa) ve 2 - Ek 2 Analiz Sonuç Formu (1 adet- 1 sayfa)** laboratuvarlara gönderilmiş ve yine Bakanlık resmi internet sitesinin duyurular bölümünde yayımlanmıştır.

Numune Hazırlama İşlemleri:

Laboratuvarlara numune olarak, Sertifikalı Referans Malzeme gönderilmiştir. Gönderilen Sertifikalı Referans Malzeme: Sigma-Aldrich Malzeme kod: CRM104-50G Lot: LRAB5267
Son Kullanma Tarihi: 31 Aralık 2020 olan bir üründür.

Numune Gönderim İşlemi:

Temin edilen Sertifikalı Referans Malzemeler, içeriğinden seçilen 10 PAH parametresinde analiz yapılacak şekilde, 10 g'lık ambalajlarda 08-10/11/2017 tarih aralığında laboratuvarlara ulaştırılacak biçimde kargoya verilmiş ve **laboratuvar numaraları** numunenin üzerindeki etiketlerde belirtilmiştir.

3. KULLANILAN METOTLAR

Laboratuvarlar test metodu olarak, rutin analizlerinde uyguladıkları uluslararası geçerliliği olan test metotlarını kullanmışlardır.

4. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI

Analiz sonuçlarının **24.11.2017** tarihine kadar, "**Analiz Sonuç Formu**"na kaydedilip, formlarda verilen irtibat adreslerine e-posta yolu ile, Genel Müdürlüğümüze ise yazı ile gönderilmesi istenmiştir. Raporlama süresince sonucunu göndermeyen laboratuvar olmamıştır.

5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Atanan değer ve standart sapma değeri, Sertifikalı Referans Sigma-Aldrich Malzeme kod: CRM104-50G Lot: LRAB5267 sertifikasında yer alan değerlerdir.

- ❖ Tüm parametreler için belirlenmiş atanmış değer ve standart sapma değerleri **Tablo-1** de,
- ❖ Laboratuvarlardan Gelen Analiz Sonuçları ve Metotlar **Tablo- 2** de,
- ❖ Z skor dağılımları **Tablo-3** te,
- ❖ Laboratuvarlardan gelen z skor dağılımlarına göre parametrelerdeki başarı yüzdeleri **Tablo- 4** te
- ❖ Laboratuvar z skor sonuçları her bir parametre için ayrı ayrı tablo ve grafik şeklinde raporda verilmiştir. **Tablo 5-14**

TABLO-1 ATANMIŞ DEĞERLER VE STANDART SAPMA DEĞERLERİ

	Acenaphthene	Acenaphthylene	Anthracene	Benzo[a]anthracene	Benzo[a]pyrene	Benzo [b]fluoranthene	Benzo [ghi]perylene	Benzo [k]fluoranthene
A.D	522	355	480	103	240	305	133	189
SD	78,2	53,2	72,1	15,4	36,1	45,7	20	28,4

	Naphthalene	Phenanthrene
A.D	282	348
SD	42,3	52,3

- Laboratuvarların z skorlarında sertifikada yer alan atanmış değer ve standart sapma değerleri alınarak, aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır.

$$z = \frac{x - X}{s}$$

X : Sertifika Atanmış Değer

x : Katılımcı Laboratuvar Sonucu

s : Sertifika Standart Sapma Değeri

|z| ≤ 2 ise başarılı performans, analiz uygundur.

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

|z| ≥ 3 ise başarısız performans düzeltici faaliyet uygulanmalıdır.

TABLO-2 LABORATUVARLARDAN GELEN ANALİZ SONUÇLARI ve METOTLAR

Lab.No.	Acenaphthene	Acenaphthylene	Anthracene	Benzo[a]anthracene	Benzo[a]pyrene	Benzo[b]fluoranthene	Benzo[ghi]perylene	Benzo[k]fluoranthene	Naphthalene	Phenanthrene	Metal Metotlar
	Sonuç	Sonuç	Sonuç	Sonuç	Sonuç	Sonuç	Sonuç	Sonuç	Sonuç		
Sütü	Sütun22	Sütun3	Sütun4	Sütun5	Sütun6	Sütun7	Sütun8	Sütun9	Sütun10	Sütun11	Sütun16
1	2330	780	1570	940	1150	380	920	290	520	920	EPA 8270 D
2	616	367	498	131	240	367	160	224	312	472	EPA 3540 C/ EPA 8270 D
3	583	508	640	129	286	316	126	199	334	420	EPA 3545 C/ EPA 8270 D
4	22044	12018	3484	10169	8325	3622	6699	7635	5737	5498	EPA 8100
5	774	681	756	161	378	448	201	303	444	505	EPA 8270 D/ EPA 3550 C
6	715	524	880	198	464	344	212	427	542	789	EPA 3540 C/ EPA 3630 C/ EPA 8270 D
7	505	785	833	182	444	465	234	436	496	725	EPA 3540 C/ EPA 8270 D
8	712	564	624	382	322	687	294	441	503	523	EPA 8270 D
9	684	721	619	192	437	440	311	404	487	799	EPA 3546 C/ EPA 3630 C/ EPA 8270 D
10	640	765	606	153	441	365	256	268	465	556	EPA 3540 /EPA 8270

TABLO-3 Z SKOR DAĞILIMI

	Acenaphthene	Acenaphthylene	Anthracene	Benzo[a]anthracene
Sonuç Sayısı	10	10	10	10
 z < 2	4	1	4	2
 z < 2 < z < 3	3,00	1,00	1,00	0,00
 z > 3	3,00	8,00	5,00	8,00

	Benzo[a]pyrene	Benzo[b]fluoranthene	Benzo[ghi]perylene	Benzo[k]fluoranthene
Sonuç Sayısı	10	10	10	10
 z < 2	2	5	2	2
 z < 2 < z < 3	1,00	1,00	0,00	1,00
 z > 3	7,00	4,00	8,00	7,00

	Naphthalene	Phenanthrene
Sonuç Sayısı	10	10
 z < 2	2	1
 z < 2 < z < 3	0,00	2,00
 z > 3	8,00	7,00

TABLO- 4 PARAMETRELERDEKİ BAŞARI YÜZDE TABLOSU

Başarı Yüzdesi	Acenaphthene	Acenaphthylene	Anthracene	Benzo[a]anthracene
% Uygun	40,0	10,0	40,0	20,0
% Şüpheli	30,0	10,0	10,0	0,0
% Yetersiz	30,0	80,0	50,0	80,0

Başarı Yüzdesi	Benzo[a]pyrene	Benzo [b] fluoranthene	Benzo[ghi]perylene	Benzo[k] fluoranthene
% Uygun	20,0	50,0	20,0	20,0
% Şüpheli	10,0	10,0	0,0	10,0
% Yetersiz	70,0	40,0	80,0	70,0

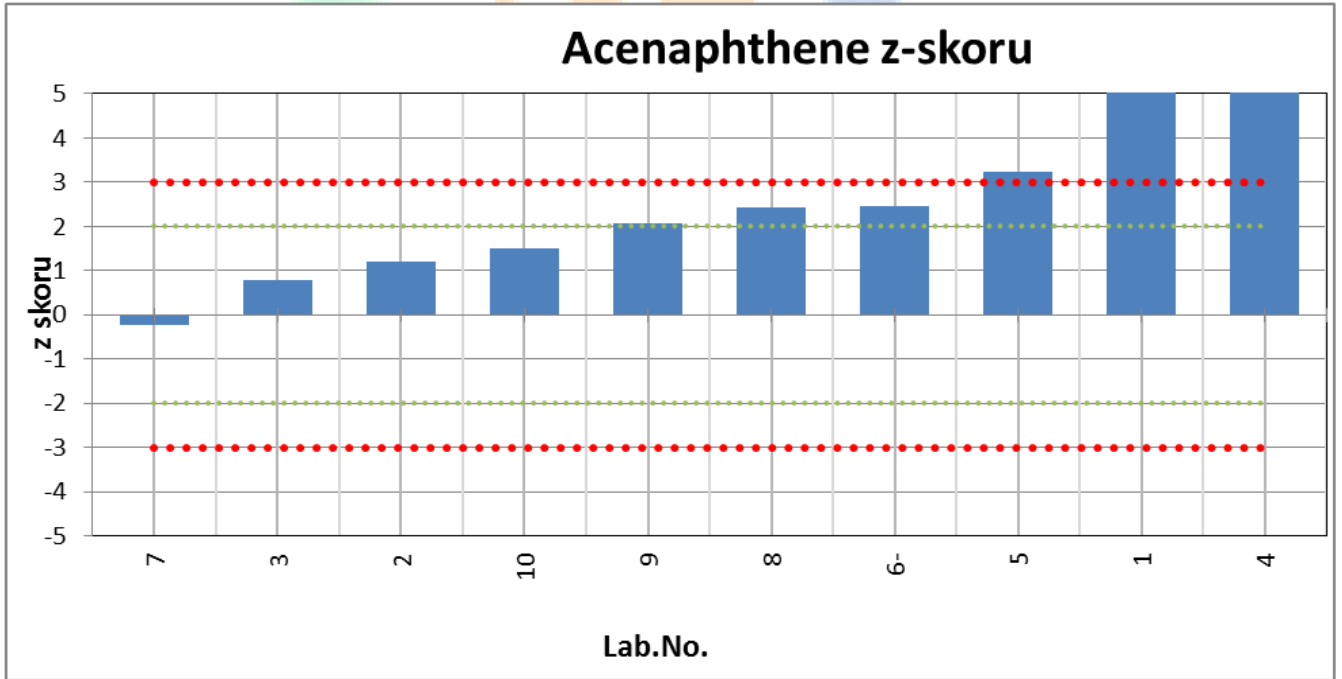
Başarı Yüzdesi	Naphthalene	Phenanthrene
% Uygun	20,0	10,0
% Şüpheli	0,0	20,0
% Yetersiz	80,0	70,0

Organize edilen yeterli testi sonuçlarına göre başarı oranı laboratuvarlarda %50 ile en iyi Benzo [b] fluoranthene parametresinde , en düşük %80 ile Naphthalene, Benzo[ghi] perylene, Benzo[a]anthracene, Acenaphthylene ve peşinden %70 ile Benzo[a] pyrene ve Phenanthrene parametrelerindedir.

Tablo-5 Acenaphthene - z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	Acenaphthene	Z Skoru
7	505	-0,22
3	583	0,78
2	616	1,20
10	640	1,51
9	684	2,08
8	712	2,43
6	715	2,47
5	774	3,23
1	2330	23,12
4	22044	275,22

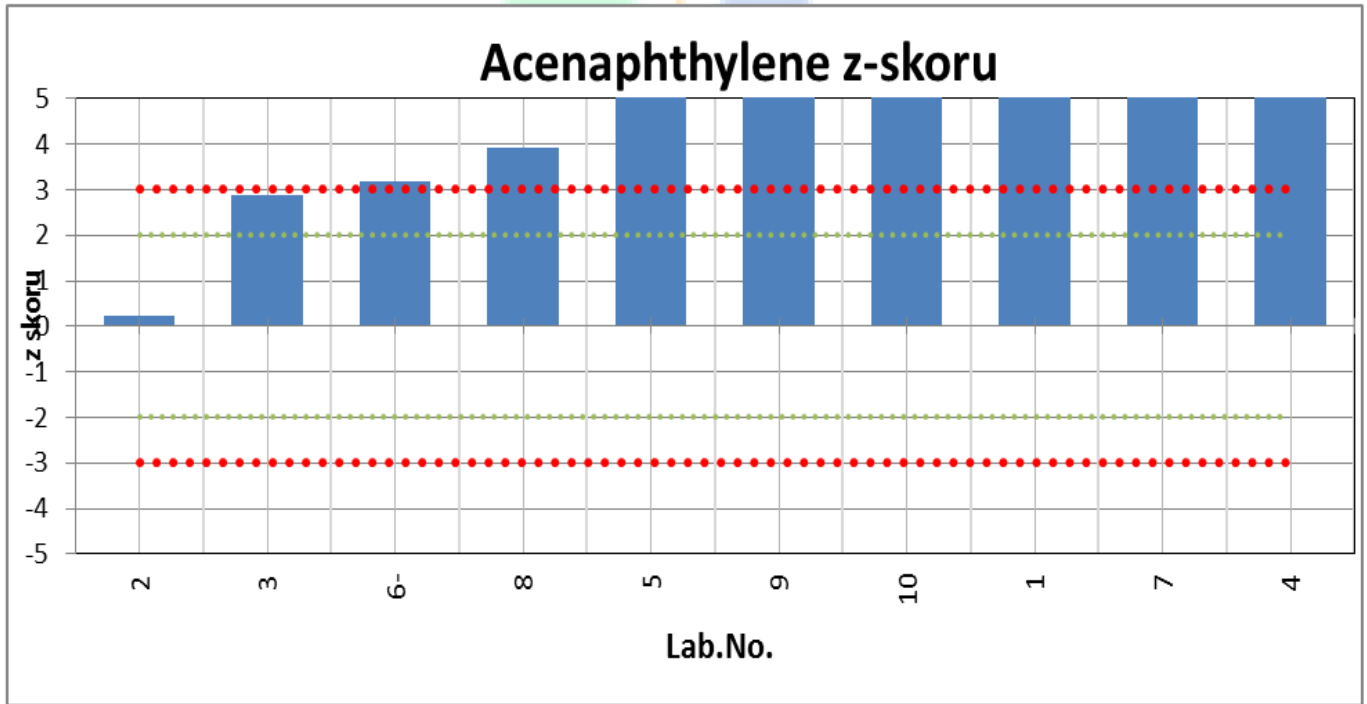
Max. Sonu µg/kg	22044
Min. Sonu µg/kg	505
Atanan Deđer µg/kg	522
Standart Sapma	78,2



Tablo-6 Acenaphthylene - z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	Acenaphthylene	Z Skoru
2	367	0,22
3	508	2,88
6	524	3,17
8	564	3,92
5	681	6,12
9	721	6,88
10	765	7,71
1	780	7,99
7	785	8,08
4	12018	219,24

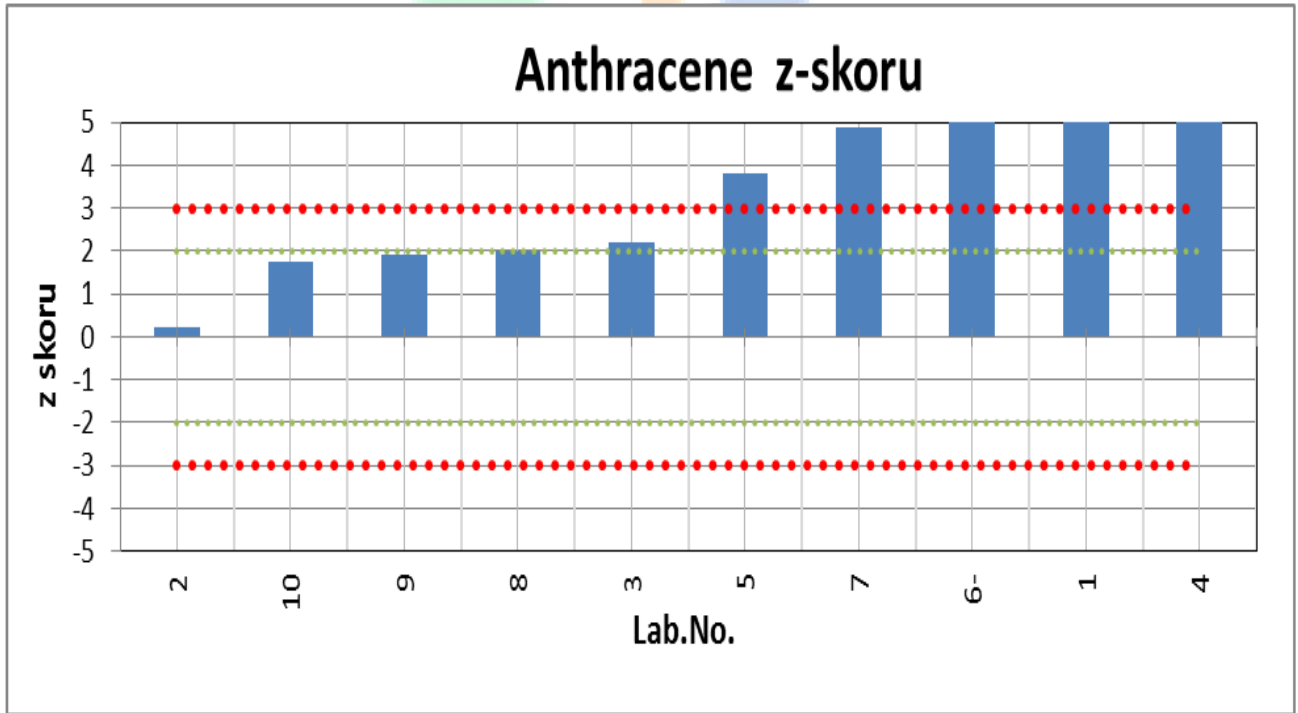
Max. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	12018
Min. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	367
Atanan Deđer $\mu\text{g}/\text{kg}$	355
Standart Sapma	53,2



Tablo-7 Anthracene- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	Anthracene	Z Skoru
2	498	0,24
10	606	1,74
9	619	1,93
8	624	2,00
3	640	2,22
5	756	3,83
7	833	4,90
6	880	5,54
1	1570	15,12
4	3484	41,66

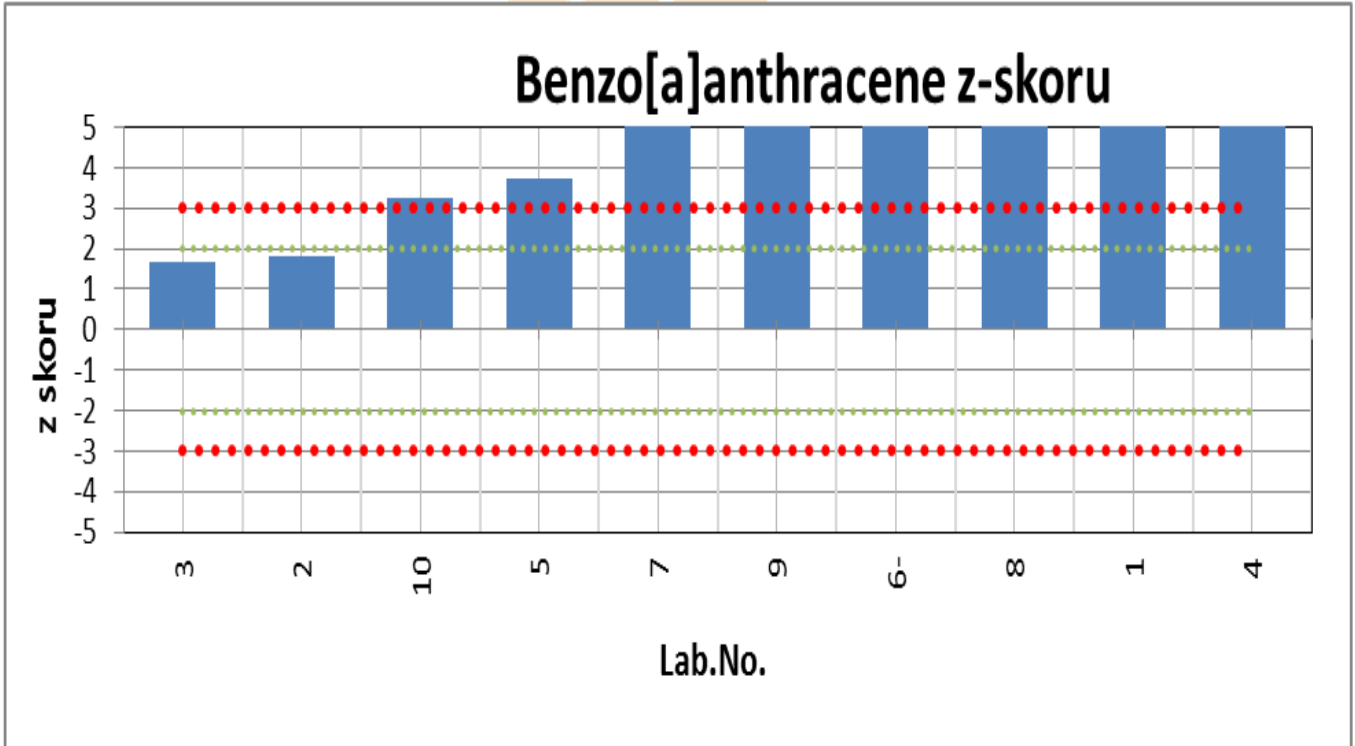
Max. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	3484
Min. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	498
Atanan Deđer $\mu\text{g}/\text{kg}$	480
Standart Sapma	72,1



Tablo-8 Benzo[a]anthracene- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	Benzo[a]anthracene	Z Skoru
3	129	1,69
2	131	1,80
10	153	3,26
5	161	3,75
7	182	5,13
9	192	5,77
6	198	6,19
8	382	18,08
1	940	54,35
4	10169	653,66

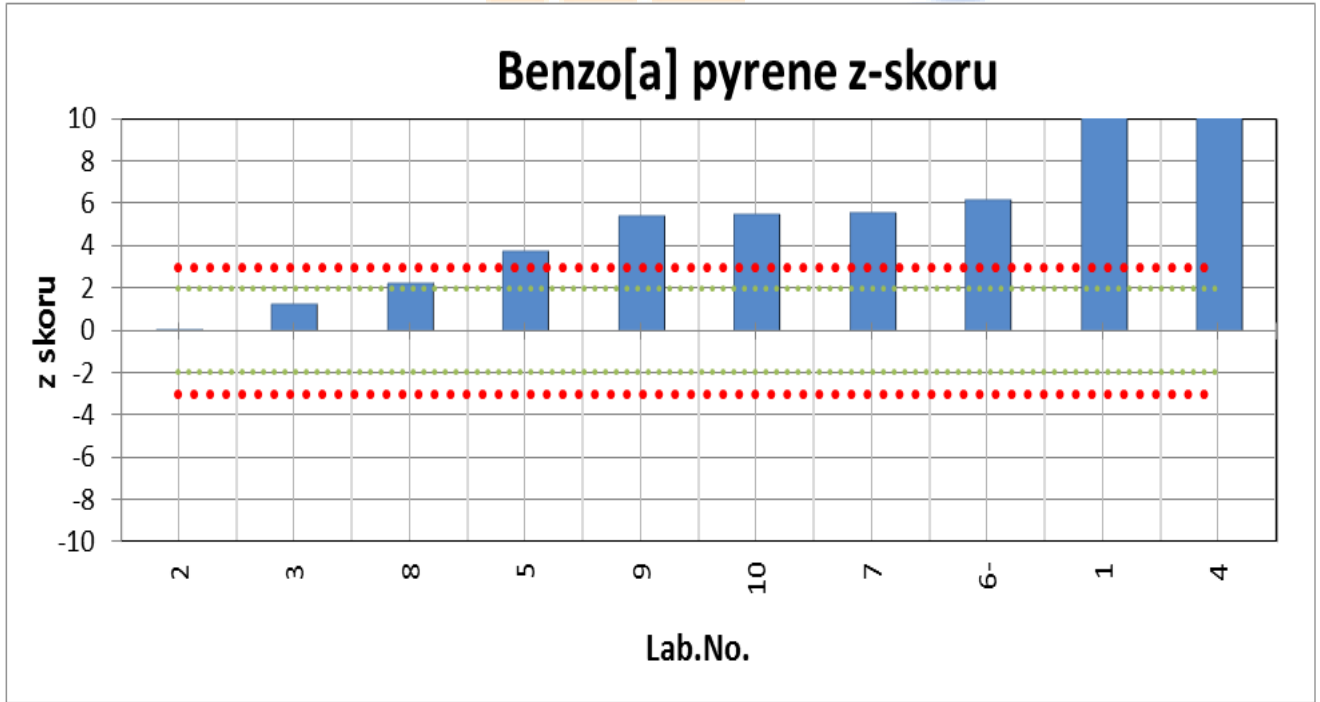
Max. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	10169
Min. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	129
Atanan Deđer $\mu\text{g}/\text{kg}$	103
Standart Sapma	15,4



Tablo-9 Benzo[a] pyrene- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	Benzo[a] pyrene	Z Skoru
2	240	0,01
3	286	1,27
8	322	2,26
5	378	3,81
9	437	5,45
10	441	5,58
7	444	5,65
6	464	6,21
1	1150	25,21
4	8325	223,95

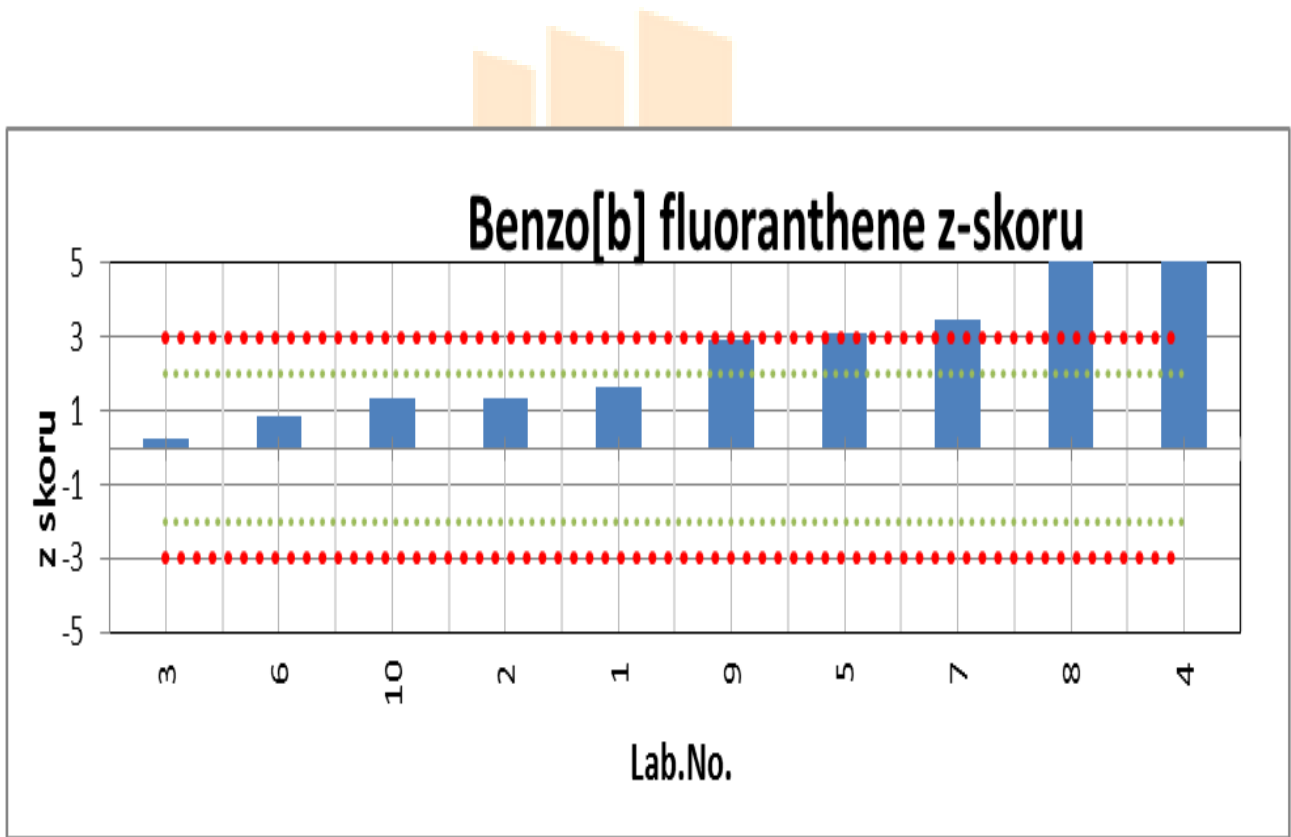
Max. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	8325
Min. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	240
Atanan Deđer $\mu\text{g}/\text{kg}$	240
Standart Sapma	36,1



Tablo-10 Benzo[b] fluoranthene- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	Benzo[b] fluoranthene	Z Skoru
3	316	0,24
6	344	0,85
10	365	1,32
2	367	1,35
1	380	1,64
9	440	2,96
5	448	3,13
7	465	3,50
8	687	8,36
4	3622	72,59

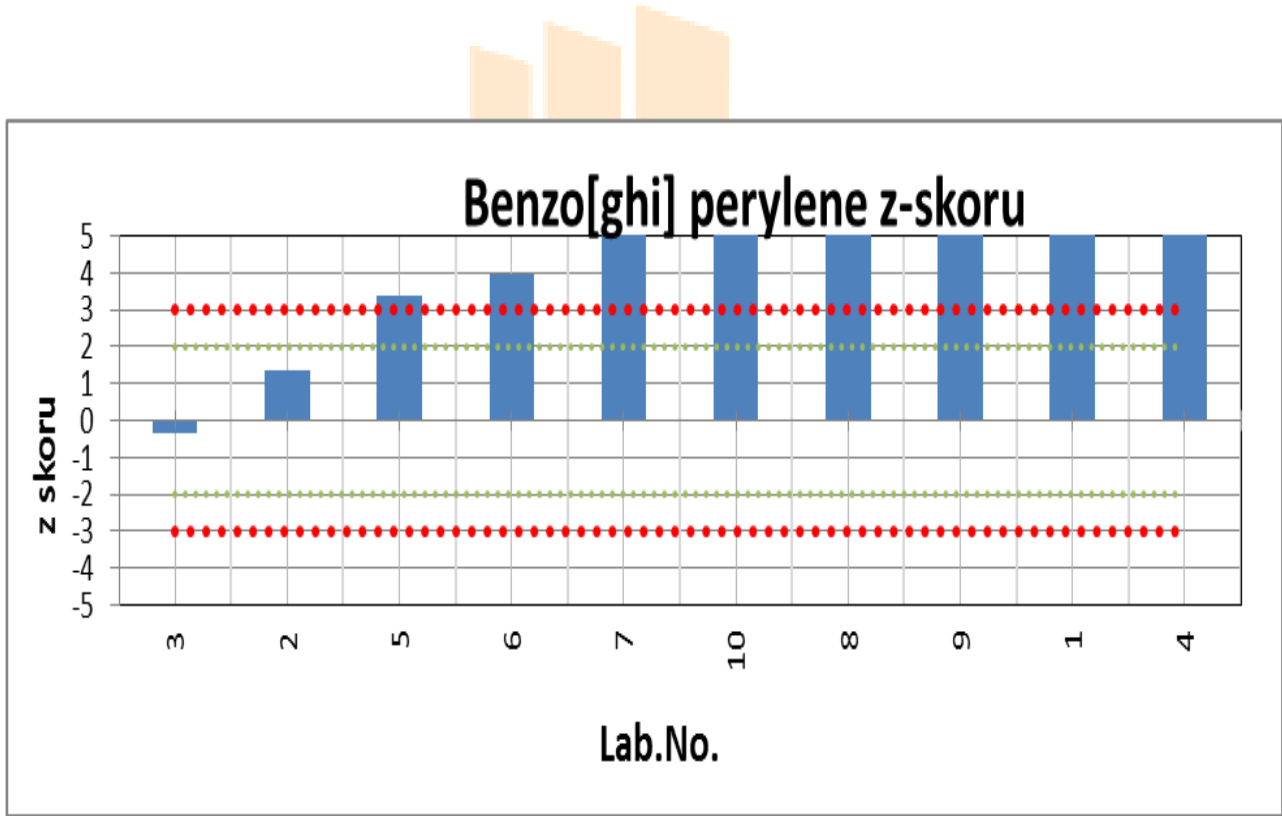
Max. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	3622
Min. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	316
Atanan Deđer $\mu\text{g}/\text{kg}$	305
Standart Sapma	45,7



Tablo-11 Benzo[ghi] perylene- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	Benzo[ghi] perylene	Z Skoru
3	126	-0,35
2	160	1,36
5	201	3,40
6	212	3,96
7	234	5,05
10	256	6,13
8	294	8,06
9	311	8,89
1	920	39,35
4	6699	328,31

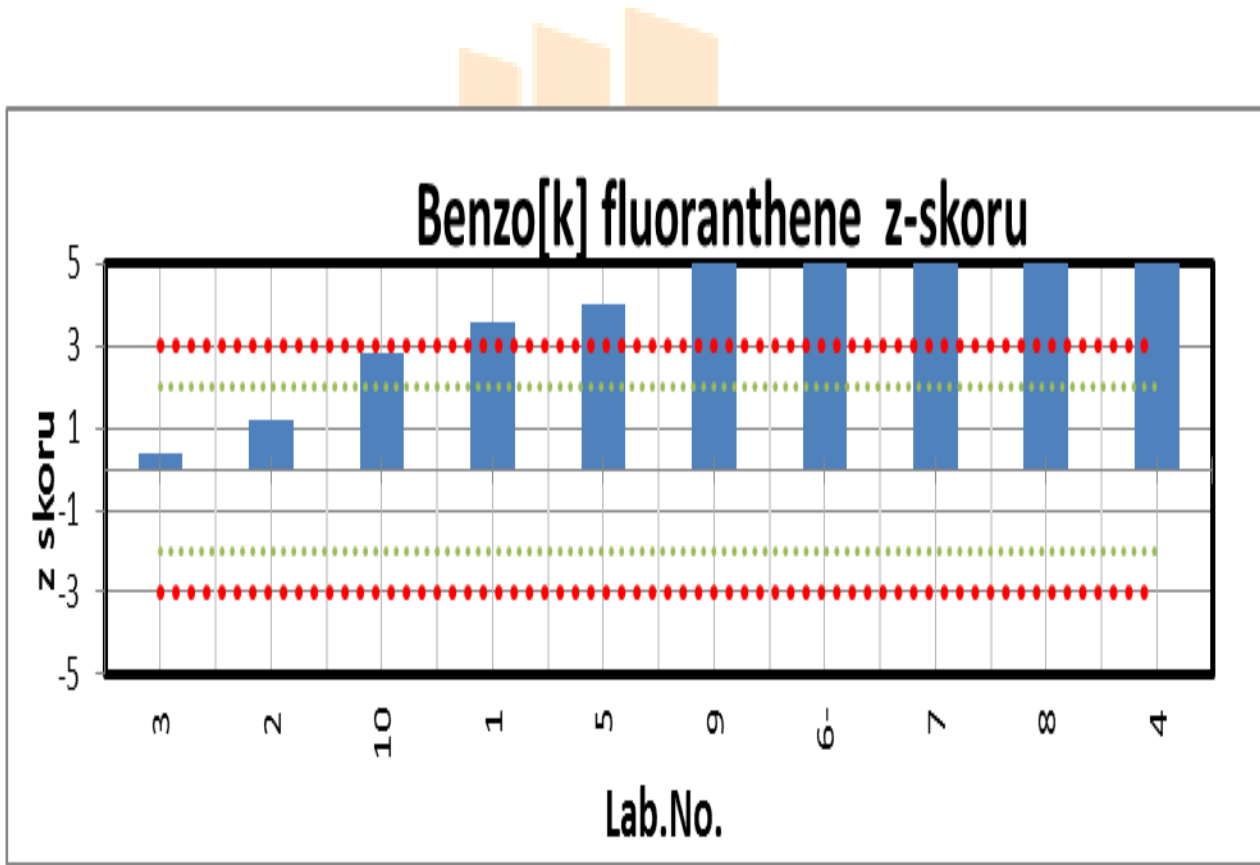
Max. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	6699
Min. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	126
Atanan Deđer $\mu\text{g}/\text{kg}$	133
Standart Sapma	20



Tablo-12 Benzo[k] fluoranthene - z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	Benzo[k] fluoranthene	Z Skoru
3	199	0,35
2	224	1,21
10	268	2,80
1	290	3,56
5	303	4,01
9	404	7,57
6	427	8,37
7	436	8,70
8	441	8,87
4	7635	262,18

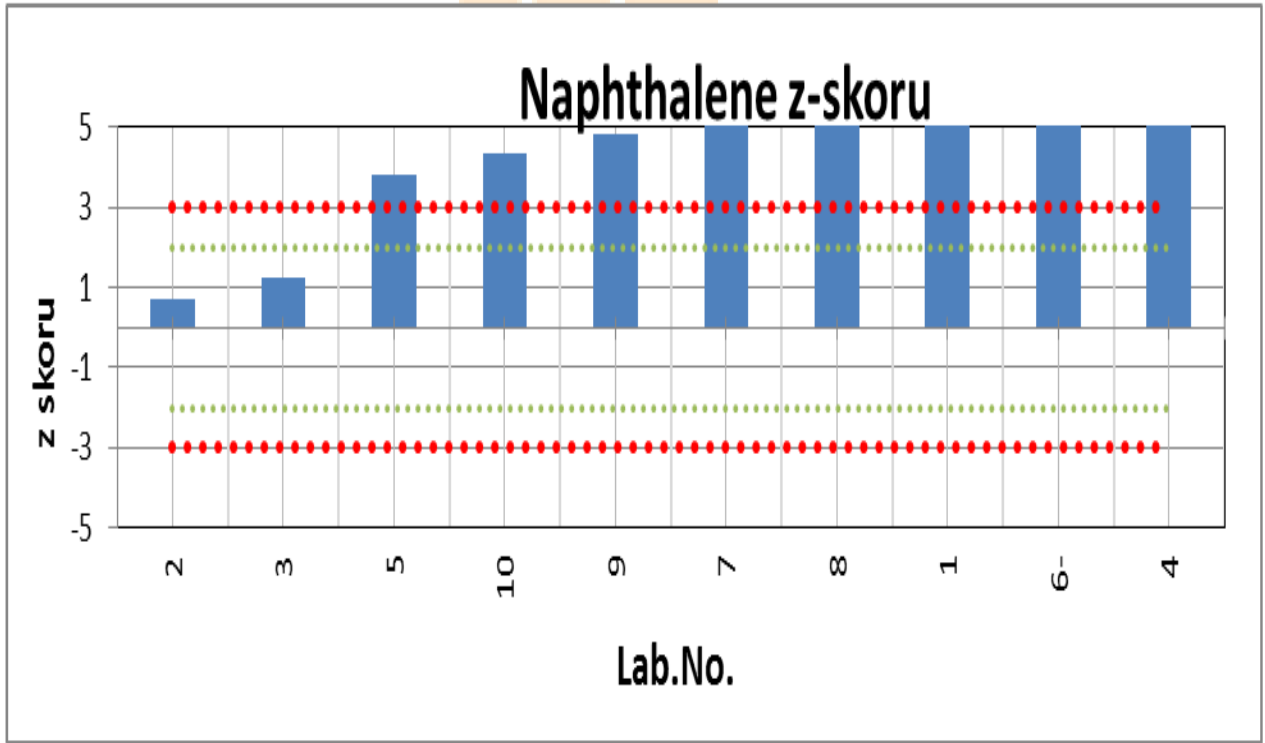
Max. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	7635
Min. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	199
Atanan Deđer $\mu\text{g}/\text{kg}$	189
Standart Sapma	28,4



Tablo-13 Naphthalene z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	Naphthalene	Z Skoru
2	312	0,71
3	334	1,23
5	444	3,83
10	465	4,33
9	487	4,84
7	496	5,06
8	503	5,21
1	520	5,63
6	542	6,14
4	5737	128,96

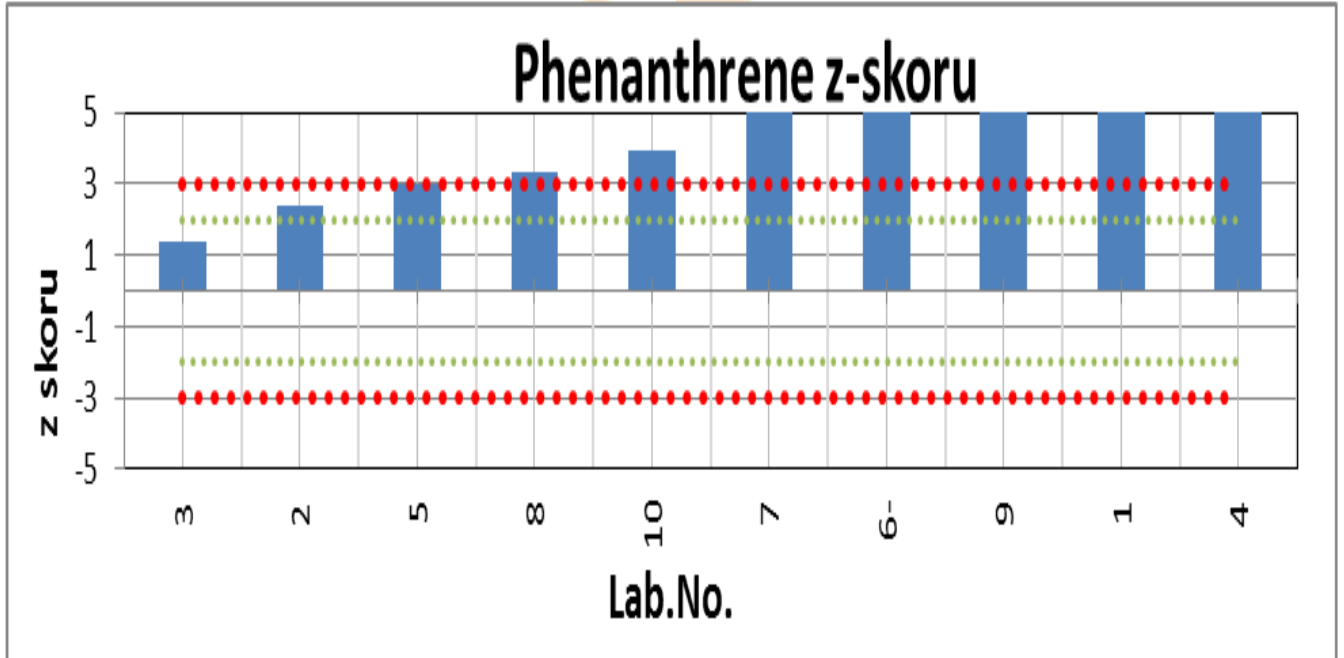
Max. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	5737
Min. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	312
Atanan Deđer $\mu\text{g}/\text{kg}$	282
Standart Sapma	42,3



Tablo-14 Phenanthrene - z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	Phenanthrene	Z Skoru
3	420	1,38
2	472	2,38
5	505	2,99
8	523	3,34
10	556	3,97
7	725	7,21
6	789	8,44
9	799	8,62
1	920	10,94
4	5498	98,46

Max. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	5498
Min. Sonu $\mu\text{g}/\text{kg}$	420
Atanan Deđer $\mu\text{g}/\text{kg}$	348
Standart Sapma	52,3



6. YETERLİLİK TESTİ KATILIMCI LİSTESİ

1	ESÇEM ENERJİ SİSTEMLERİ VE ÇEVRE ETÜT MERKEZİ SAN. TIC. LTD. ŞTİ.
2	EKOSİSTEM ANALİZ, PROJE, DANIŞMANLIK HIZM. PEYZAJ MÜH.İNŞ. ÇEVRE LAB.TAAH.TIC.LTD.ŞTİ
3	YEŞİL BEYAZ KALİTE VE ÇEVRE ANALİZ LABORATUVARI SAN. TİC. LTD. ŞTİ.
4	DİZEN-NORWEST ÇEVRE SAĞLIK HİZMETLERİ EĞİTİM DANIŞMANLIK A.Ş. LABORATUVARI
5	BAREM ÇEVRE LABORATUVAR VE DANIŞMANLIK HIZ. İLAÇ İNŞ. SAN. TIC. LTD. ŞTİ.
6	AEM ÇEVRE LABORATUVAR ANALİZ TİC.A.Ş.
7	ÇINAR ÇEVRE LABORATUVARI A.Ş.
8	AST LABORATUVAR HİZMETLERİ VE DANIŞMANLIK TIC. A.Ş.
9	NEN MÜHENDİSLİK VE LABORATUVAR HİZMETLERİ İNŞ. TIC. LTD. ŞTİ.
10	ALKA İNŞAAT TEKSTİL ELEKTRİK ÇEVRE SAN. TİC.LTD. ŞTİ. İSTANBUL DERİ ORGANİZE SANAYİ BÖLGESİ ŞUBESİ

7. KAYNAKLAR

1. TS EN ISO/IEC 17025 Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliği İçin Genel Şartlar.
2. TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi- Yeterlilik Deneyi için Genel Şartlar
3. ISO 13528 Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, 2015