

2019 Yılı 2. Dönem Yeterlilik Test Raporu

ÇRL-YT-2019/02 Kodlu PT

Rapor No: 02-2019

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 Numune Gönderim Tarihi: 13-15/11/2019

Analiz Sonuç Gönderme Tarihi: 06.12.2019

Rapor Hazırlama Tarihi: 30.12.2019

Rapor Yayın Tarihi:10.01.2020

İÇİNDEKİLER

1. ÇALIŞMANIN AMACI.....	3
2. ÇALIŞMA PROGRAMI.....	3-4
3. KULLANILAN METOTLAR	4
4. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI.....	4
5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	4-5
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	7
7 YETERLİLİK TESTİ KATILIMCI LİSTESİ.....	14
8. KAYNAKLAR	14

TABLolar

TABLO 1. PCB's de Atanmış Değerler ve Standart Sapma Değerleri.....	5
TABLO- 2 Laboratuvarlardan Gelen Analiz Sonuçları Ve Metotlar.....	6
TABLO-3 PCB's İçin z Skor Dağılımları, Başarı Yüzdeleri, Atanmış Değer ve Standart Sapma Değerleri.....	6
TABLO-4 PCB 31 için Laboratuvar Başarı Sonuçları.....	7
TABLO-5-12 Arası, PCB's - z skor Tablosu ve z skor Grafiği.....	8-13

ÇALIŞMANIN AMACI

Bakanlığımız, Çevre Ölçüm ve Analiz Laboratuvarları Yeterlik Yönetmeliği'nin 35. maddesi "Uzaktan denetim, yeterlik ve karşılaştırma testleri" kapsamında; laboratuvarların analiz performanslarını karşılaştırmak ve bu analiz sonuçlarının karşılaştırılabilirliğini belirlemek üzere yeterlilik testleri organize etmektedir. Laboratuvarın yaptığı test ve ölçümlerin güvenilirliği, yaptığı ölçümlerin doğruluğu ve tekrarlanabilirliği ile belirlenir. Düzenlenen bu yeterlilik test çalışması ile laboratuvarların performanslarının değerlendirmesi ve geliştirilmesi yönünde katkı sağlanması amaçlanmaktadır.

Aynı zamanda 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, Çevre Ölçüm ve Analiz Laboratuvarları Yeterlik Yönetmeliği'nin 35. maddesi "Uzaktan denetim, yeterlik ve karşılaştırma testleri" gereği düzenlenen yeterlilik testinde; katı matrikste 8 adet PCB (Poliklorlubifeniller) (28, 31, 52, 101, 118, 138, 153, 180) ve Toplam PCB olmak üzere 9 Parametrede performans değerlendirilmesi yapılmıştır.

Düzenlenen yeterlilik testinde numuneler, 13-15/11/2019 tarihleri aralığında laboratuvarlara gönderilmiş, 06.12.2019 tarihinde analiz sonuçları laboratuvarlardan 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 Çalışma talimatı (1 adet- 1 sayfa) ve Ek-3 Analiz Sonuç Formu (1 adet- 1 sayfa)** laboratuvarlara gönderilmiş ve yine Bakanlık resmi internet sitesinin duyurular bölümünde yayımlanmıştır. Yayımlanan Ek 2 Çalışma Talimatı ile;

- 1- Numunenin, laboratuvarlarca hazırlanmış (ateş tuğlasından) Blank Toprak ile yarı yarıya karıştırılması ve sonucun 2 ile çarpılarak verilmesi,
 - 2- Analiz sonucunun virgülden sonra tek basamaklı verilmesi,
 - 3- Numunenin analiz yapılana kadar +4°C de saklanması,
 - 4- Analiz sonucunun PCB (Poliklorlubifeniller) (28, 31, 52, 101, 118, 138, 153, 180) için hem ayrı ayrı hem de toplam PCB olarak verilmesi,
- gerektiği katılımcılara bildirilmiştir.

Numune Hazırlama İşlemleri:

Laboratuvarlara numune olarak,

- Fresh Sediment matriksinde CNS329 kodlu; homojenlik, kararlılık testleri ISO 17034 kapsamında yapılmış ve ISO/IEC 17025 metrolojik izlenebilirliği olan sertifikalı referans malzemedan yaklaşık 10 gr gönderilmiştir.

Numune Gönderim İşlemi:

Temin edilen Sertifikalı Referans Malzeme içeriğinde yer alan PCB (Poliklorlubifeniller) (28, 31, 52, 101, 118, 138, 153, 180) için yaklaşık 10 gr karanlık cam şişelere ambalajlanarak 13-15/11/2019 tarih aralığında laboratuvarlara ulaştırılacak şekilde 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. Her bir laboratuvar, gönderilen numunede kendi kapsamlarında var olan parametre ve metotlarda çalışmışlardır.

4. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI

Analiz sonuçlarının **06.12.2019** tarihine kadar, “**Analiz Sonuç Formu**”na kaydedilip, istenen kayıt ve dokümanlar ile birlikte, formlarda verilen irtibat adreslerine e-posta yolu ile, Genel Müdürlüğümüze ise yazı ile gönderilmesi istenmiştir. Raporlama süresince sonucunu göndermeyen laboratuvar olmamıştır.

Analiz sonuçlarında (<) ya da (>) olarak gönderilen değerler hesaplamaya katılmamıştır.

5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Katı matriks olarak gönderilen Fresh Sediment matriksinde CNS329 kodlu Referans Malzeme için atanan değer ve standart sapma değeri sertifikada belirtilen değerlerden alınmıştır.

Gönderilen numunede tespit edilmesi beklenmeyen PCB 31 için z skoru hesaplanmamış olup, var yok olarak doğru tespit edilme durumu ile değerlendirilmiştir.

Düzenlenen PT parametrelerinde ölçüm belirsizliği ve standart sapma ilişkisi **$u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$** formülasyonu ile kontrol edilmiş ve uygun olduğu görülmüştür.

- ❖ PCB's için atanmış değer ve standart sapma değerleri **Tablo-1** de,
- ❖ Laboratuvarlardan Gelen Analiz Sonuçları ve Metotlar **Tablo- 2** de,
- ❖ PCB's için z skor dağılımları, başarı yüzdeleri, atanmış değer ve standart sapma değerleri **Tablo-3** de,
- ❖ PCB 31 için Laboratuvar Başarı Sonuçları **Tablo-4** de,
- ❖ PCB'S için Laboratuvar z skor sonuçları her bir parametre için ayrı ayrı tablo ve grafik şeklinde **Tablo 4-12** da,

verilmiştir.

z Skor Hesaplaması

Laboratuvarların z skorlarında sertifikadan alınan atanmış değer ve standart sapma değeri kullanılmış ve aşağıdaki formül ile hesaplaması yapılmıştır.

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

X : Atanmış Değer

x : Katılımcı Laboratuvar Sonucu

s : Standart Sapma Değeri

$|z| \leq 2$ ise başarılı performans, analiz uygundur.

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

$|z| \geq 3$ ise başarısız performans düzeltici faaliyet uygulanmalıdır.

TABLO-1 PCB'S İÇİN ATANMIŞ DEĞERLER VE STANDART SAPMA DEĞERLERİ

Katı Matriks	PCB 28 µg/kg	PCB 52 µg/kg	PCB 101 µg/kg	PCB 118 µg/kg	PCB 138 µg/kg	PCB 153 µg/kg	PCB 180 µg/kg	T.PCB's µg/kg
A.D	54,1	230	390	175	226	133	104	1330
SD	14,3	29,6	99,6	26,1	4,99	26,1	34,5	42,7

TABLO- 2 LABORATUVARLARDAN GELEN ANALİZ SONUÇLARI VE METOTLAR

	PCB 28	PCB31	PCB 52	PCB 101	PCB 118	PCB 138	PCB 153	PCB 180	Toplam PCB	Metotlar
Lab.No.	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	µg/kg	
Sütun1	Sütun17	Sütun	Sütun	Sütun	Sütun9	Sütun1	Sütun1	Sütun13	Sütun134	Sütun172
1	70,3		203,2	366,5	152,6	184,1	136,3	105,6	1218,6	EPA 3540 C/TS EN 15308
2	76,9		223,6	351,7	155,6	144,7	190,1	108,3	1250,9	EN 15308
3	50,2		222,3	394,8	174,1	226,2	134,4	103,8	1305,8	TS EN 15308
4	51,2	86,0	187,4	296,0	121,3	172,0	156,2	94,4	1164,5	EN 15308
5	73,9		185,2	424,8	124,3	206,0	124,7	99,7	1238,6	EPA 3540 C/ EPA 8082 A
6	63,9		217,9	371,4	169,2	228,3	141,4	102,7	1294,8	EPA 8082 A,EPA 3550 C
7	54,2		215,8	328,2	169,1	225,4	130,4	120,1	1243,3	EPA 3540 C/EN 15308
8	67,6	<6	306,4	427,4	222,6	237,9	184,3	125,7	1571,9	EPA 3545 A/ EPA 8082 A/ TS EN 15308
9	51,9		210,4	344,1	180,9	229,7	110,0	117,6	1244,5	TS EN 15308
10	55,2	168,4	219,9	328,5	148,1	205,1	142,7	89,4	1357,4	EPA 3540 C/ EPA 3665 A/ EPA 8082 A

TABLO-3 PCB's İÇİN Z SKOR DAĞILIMLARI, BAŞARI YÜZDELERİ, ATANMIŞ DEĞER VE STANDART SAPMA DEĞERLERİ

Değerlendirme Kriterleri	PCB 28 µg/kg	PCB 52 µg/kg	PCB 101 µg/kg	PCB 118 µg/kg	PCB 138 µg/kg	PCB 153 µg/kg	PCB 180 µg/kg	T.PCB's µg/kg
Lab Sayısı	10	10	10	10	10	10	10	10
Sonuç Sayısı	10	10	10	10	10	10	10	10
z < 2	10	9	10	9	4	9	10	4
z <2< z <3	0	1	0	1	1	1	0	4
z > 3	0	0	0	0	5	0	0	2
% Uygun	100	90	100	90	40	90	100	40
% Şüpheli	0	10	0	10	10	10	0	40
% Yetersiz	0	0	0	0	50	0	0	20
Max. Sonuç µg/kg	76,9	306,4	427,4	222,6	237,9	190,1	125,7	1571,9
Min. Sonuç µg/kg	50,2	185,2	296	121,3	144,7	110	89,4	1164,5
Atanmış Değer µg/kg	54,1	230	390	175	226	133	104	1330
Standart Sapma	14,3	29,6	99,6	26,1	4,99	26,1	34,5	42,7

TABLO-4 PCB 31 için Laboratuvar Başarı Sonuçları

Numune içerisinde PCB 31 olmaması sebebi ile, numune içinde analiti tespit edenler başarısız olmuştur.

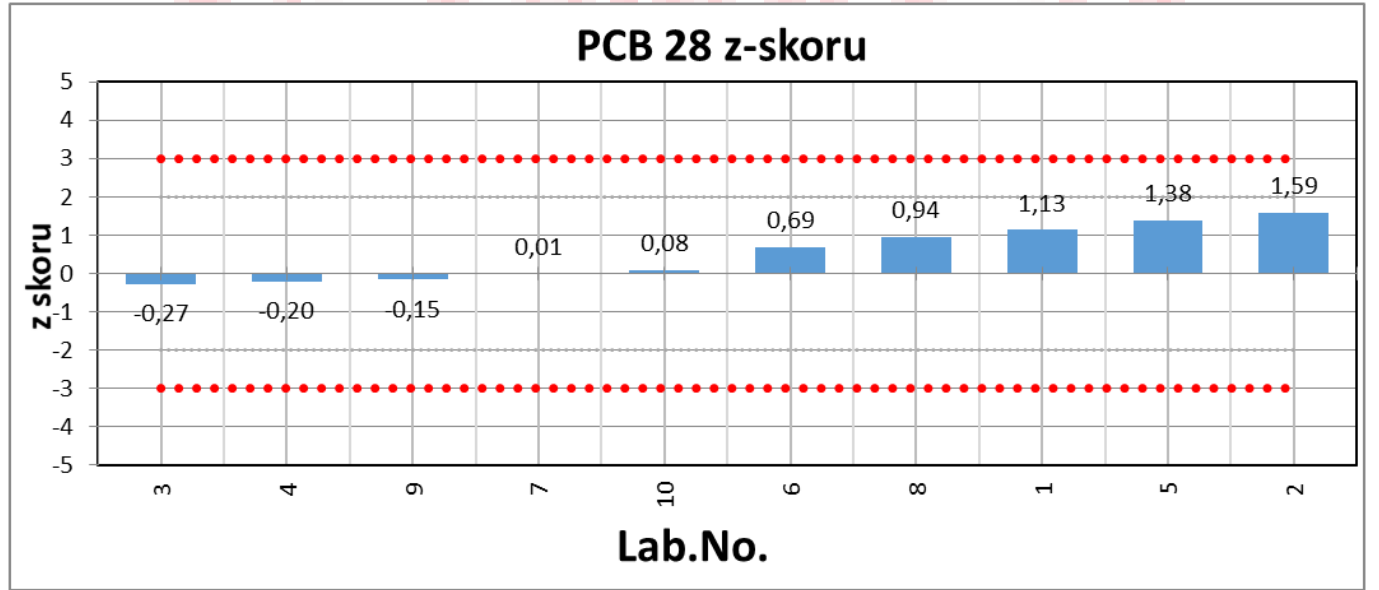
Lab No	PCB 31 için Sonuçları	Performansları
1	-	Tespit edilmediği için başarılı olunmuştur
2	-	Tespit edilmediği için başarılı olunmuştur
3	-	Tespit edilmediği için başarılı olunmuştur
4	86,0	Tespit edildiği için başarısız olunmuştur
5	-	Tespit edilmediği için başarılı olunmuştur
6	-	Tespit edilmediği için başarılı olunmuştur
7	-	Tespit edilmediği için başarılı olunmuştur
8	<6	Tespit edilmediği için başarılı olunmuştur
9	-	Tespit edilmediği için başarılı olunmuştur
10	168,4	Tespit edildiği için başarısız olunmuştur

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

- Değerlendirme sonuçlarına göre en yüksek başarı yüzdesi %100 ile PCB 28,101 ve 180 parametrelerinde, en düşük başarı yüzdesi ise %40 ile PCB 138 ve T.PCB's parametrelerinde olmuştur. En fazla % yetersiz sonuç alınan parametre %50 ile PCB 138 olmuştur.
- Gönderilen numunede yer almayan PCB 31 için, katılımcılardan 4 ve 10 numaralı laboratuvarların dışında tespit edilemediği bilgisi gelmiştir. Bu kapsamda bu iki laboratuvarın PCB 28 ve 31 ayrımı konusunda kendisini geliştirmesi gerektiği tespiti olmuştur.
- Ayrı ayrı PCB lerde başarılı z skoru alınmasına rağmen TPCB lerde z skoru başarısız ya da irdelenmeli olarak çıkan laboratuvarların sonuçları tek tek kontrol edildiğinde hep yüksek ya da düşük değerler ile başarılı olduğu, toplandığı anda bu durumun sonuca yansıdığı görülmüştür. T PCB's de Z skoru>3 ile başarısız sonuç alan laboratuvarların sadece Toplam PCB's için yeniden PT katılımı gerekmektedir.

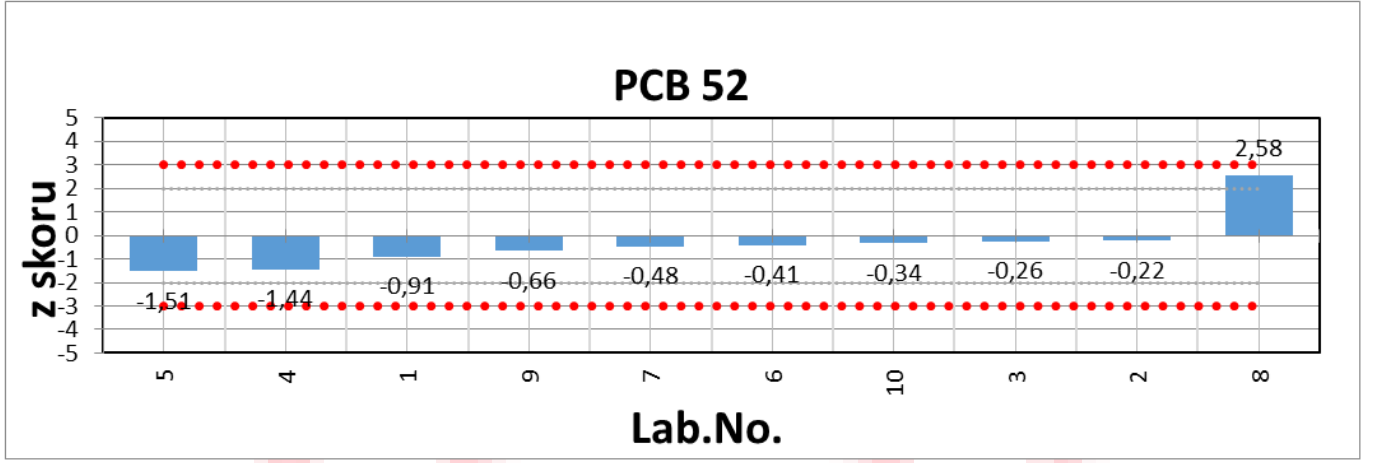
Tablo-5 PCB 28 - z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	PCB 28	Z Skoru
3	50,2	-0,27
4	51,2	-0,20
9	51,9	-0,15
7	54,2	0,01
10	55,2	0,08
6	63,9	0,69
8	67,6	0,94
1	70,3	1,13
5	73,9	1,38
2	76,9	1,59



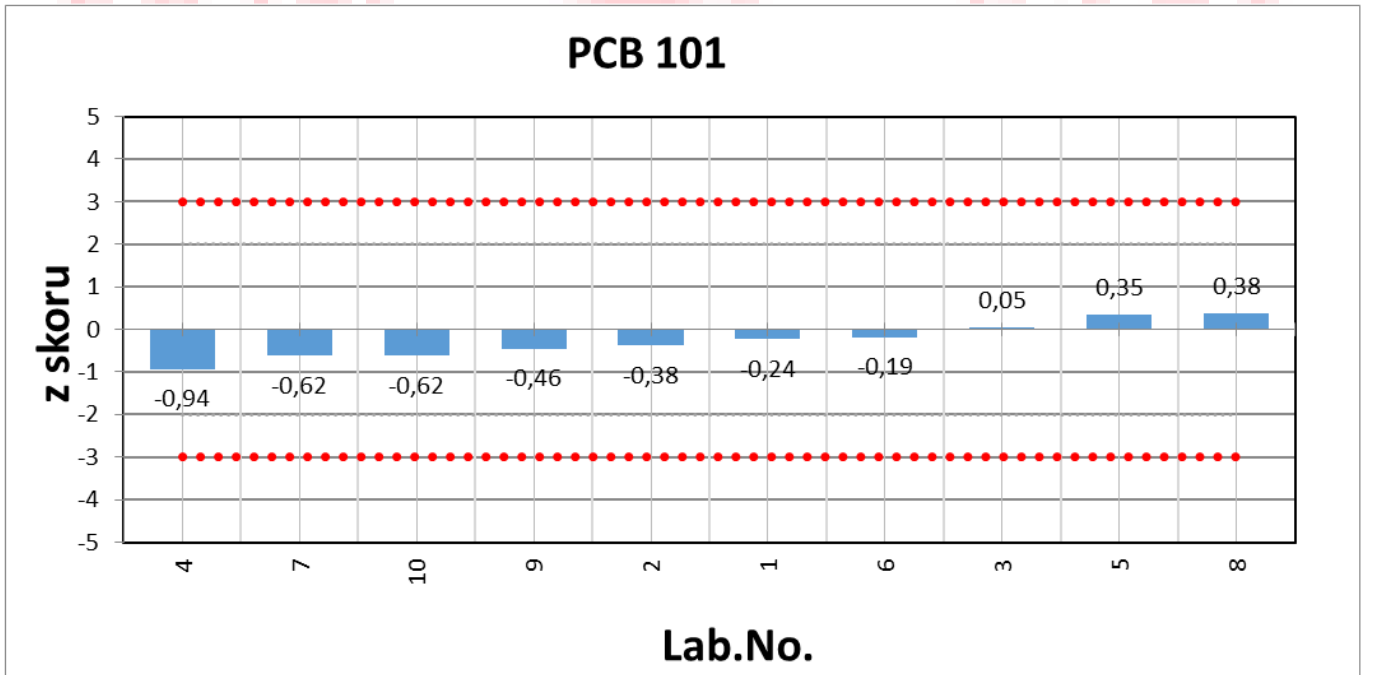
Tablo-6 PCB 52- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

Lab.No.	PCB 52	Z Skoru
5	185,2	-1,51
4	187,4	-1,44
1	203,2	-0,91
9	210,4	-0,66
7	215,8	-0,48
6	217,9	-0,41
10	219,9	-0,34
3	222,3	-0,26
2	223,6	-0,22
8	306,4	2,58



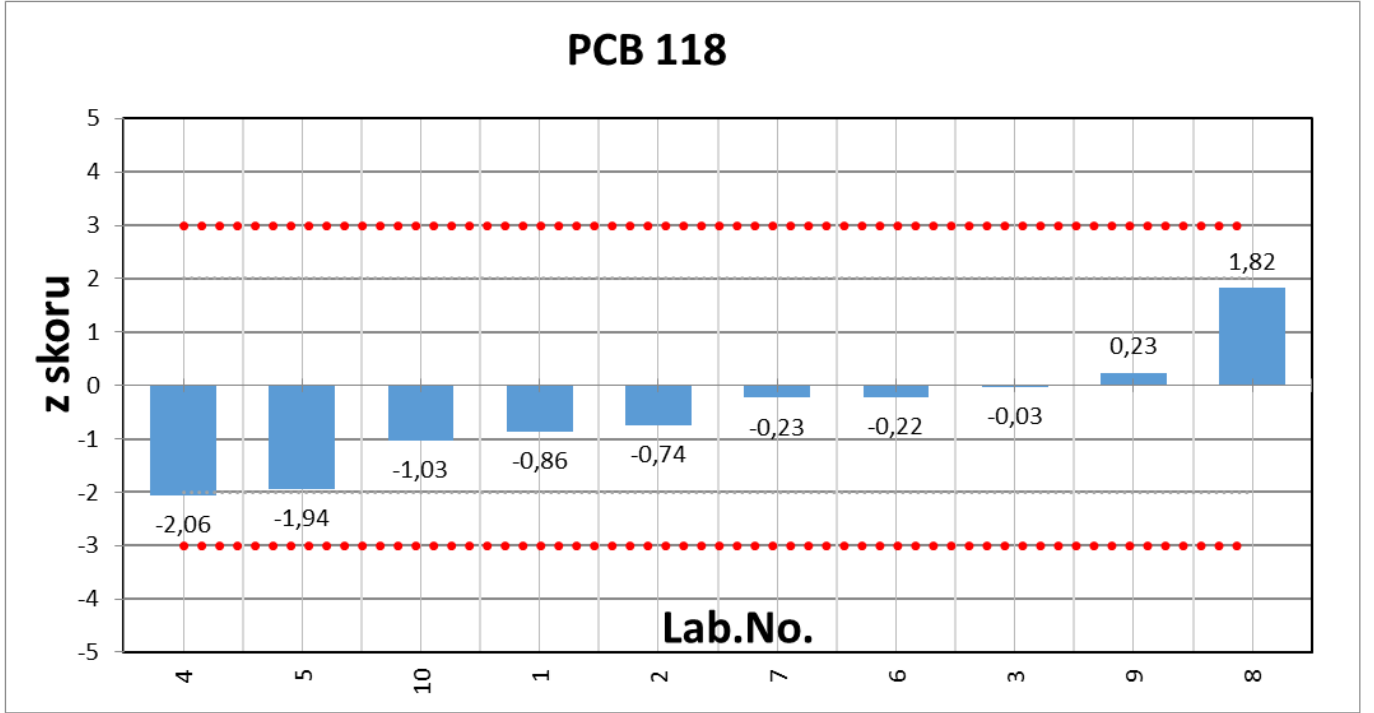
Tablo-7 PCB 101- z skor Tablosu ve z skor Grafiği

Lab.No.	PCB 101	Z Skoru
4	296,0	-0,94
7	328,2	-0,62
10	328,5	-0,62
9	344,1	-0,46
2	351,7	-0,38
1	366,5	-0,24
6	371,4	-0,19
3	394,8	0,05
5	424,8	0,35
8	427,4	0,38



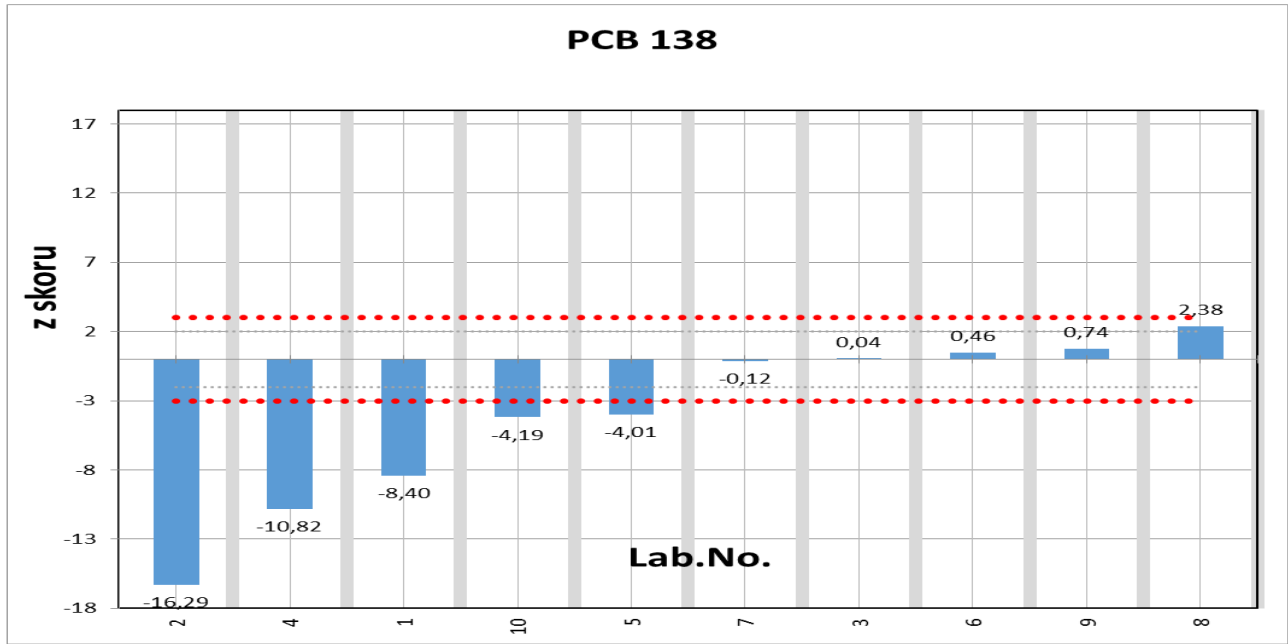
Tablo-8 PCB 118- z skor Tablosu ve z skor Grafiği

Lab.No.	PCB 118	Z Skoru
4	121,3	-2,06
5	124,3	-1,94
10	148,1	-1,03
1	152,6	-0,86
2	155,6	-0,74
7	169,1	-0,23
6	169,2	-0,22
3	174,1	-0,03
9	180,9	0,23
8	222,6	1,82



Tablo-9 PCB 138 - z skor Tablosu ve z skor Grafiği

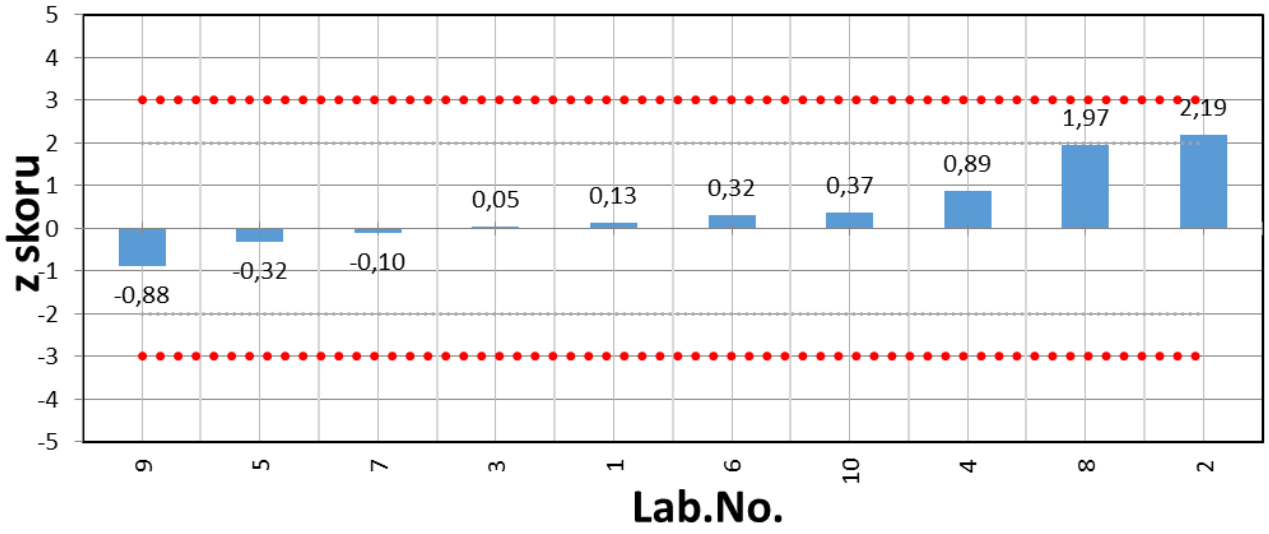
Lab.No.	PCB 138	Z Skoru
2	144,7	-16,29
4	172,0	-10,82
1	184,1	-8,40
10	205,1	-4,19
5	206,0	-4,01
7	225,4	-0,12
3	226,2	0,04
6	228,3	0,46
9	229,7	0,74
8	237,9	2,38



Tablo-10 PCB 153 - z skor Tablosu ve z skor Grafiği

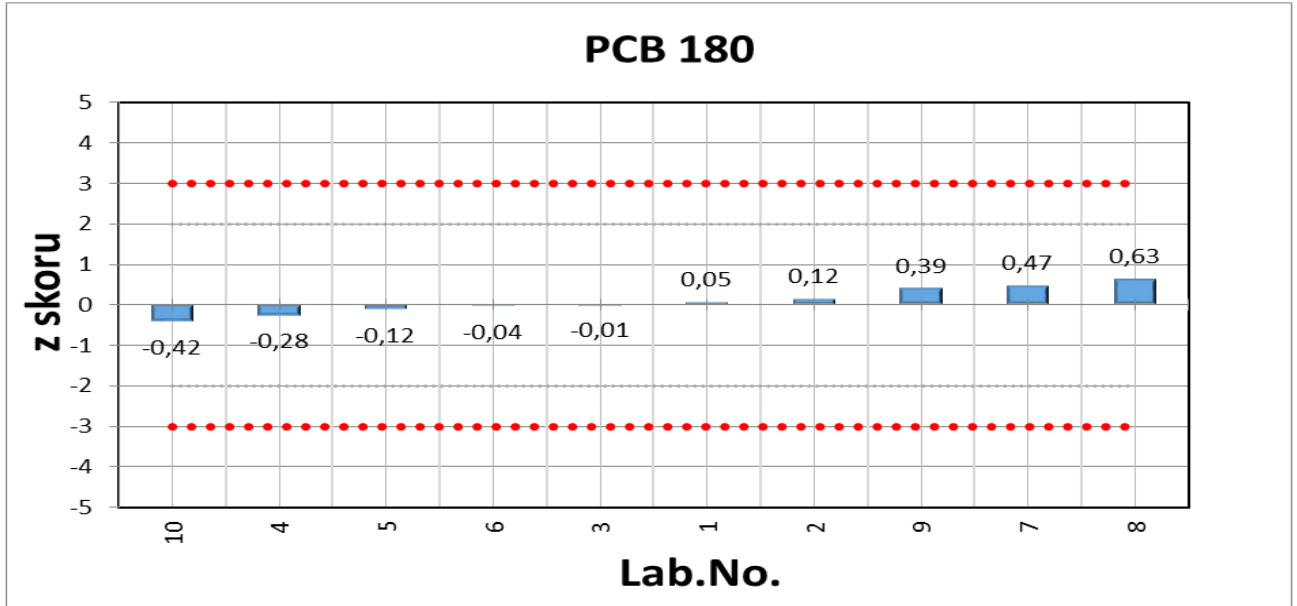
Lab.No.	PCB 153	Z Skoru
9	110,0	-0,88
5	124,7	-0,32
7	130,4	-0,10
3	134,4	0,05
1	136,3	0,13
6	141,4	0,32
10	142,7	0,37
4	156,2	0,89
8	184,3	1,97
2	190,1	2,19

PCB 153



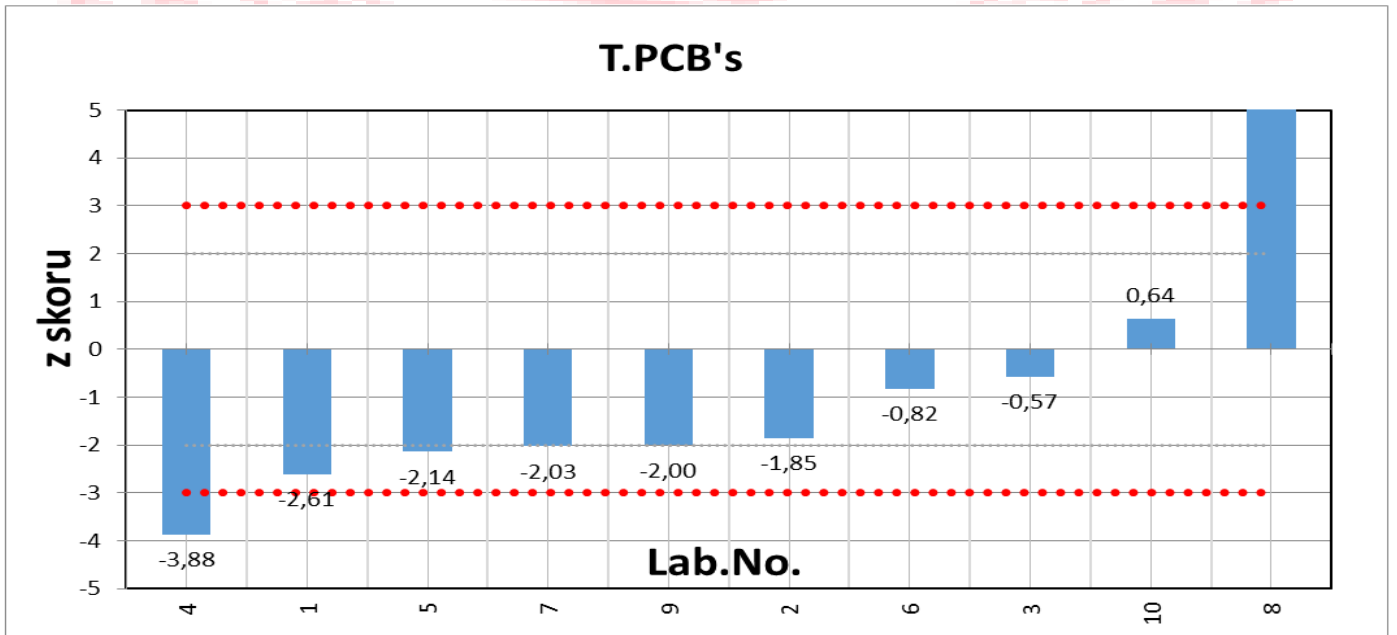
Tablo-11 PCB 180- z skor Tablosu ve z skor Grafiği

Lab.No.	PCB 180	Z Skoru
10	89,4	-0,42
4	94,4	-0,28
5	99,7	-0,12
6	102,7	-0,04
3	103,8	-0,01
1	105,6	0,05
2	108,3	0,12
9	117,6	0,39
7	120,1	0,47
8	125,7	0,63



Tablo-12 T PCB's- z skor Tablosu ve z skor Grafiği

Lab.No.	T.PCB's	Z Skoru
4	1164,5	-3,88
1	1218,6	-2,61
5	1238,6	-2,14
7	1243,3	-2,03
9	1244,5	-2,00
2	1250,9	-1,85
6	1294,8	-0,82
3	1305,8	-0,57
10	1357,4	0,64
8	1571,9	5,67



7. YETERLİLİK TESTİ KATILIMCI LİSTESİ

Esçem Enerji Sistemleri Ve Çevre Etüt Merkezi San. Tic. A. Ş.

ÇEV-TEST Ölçüm Laboratuvarı Tic. Ltd. Şti.

Çınar Çevre Laboratuvarı

Yeşil Beyaz Kalite Ve Çevre Analiz Laboratuvarı Tic. Ltd. Şti

Ast Laboratuvar Hiz. Ve Dan. Tic. A.Ş.

Ekosistem Analiz, Proje, Hizmetleri, Peyzaj, Müh., İnşaat, Çevre Laboratuvarı, Taah. Tic. Ltd. Şti.

AG Laboratuvar Tur. İnş. Pet Ürün. San. Tic. Ltd. Şti.

Alka İnşaat Tekstil Elektrik Çevre San. ve Tic. Ltd. Şti Tuzla Şb

Mostlab Laboratuvar Hizmetleri A.Ş.

Düzen Norwest Çevre Gıda Ve Veteriner Sağlık Hizmetleri Eğitim Dan.Tic.A.Ş

8. KAYNAKLAR

TS EN ISO/IEC 17025 Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliği İçin Genel Şartlar.

TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi- Yeterlilik Deneyi için Genel Şartlar

ISO 13528 Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, 2015