

2020-01 BİYOTA Kapsamında Yeterlilik Test Raporu

ÇRL-YT-2020/01 Kodlu PT

Rapor No: 01-2020

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: 16-18/09/2020

Analiz Sonuç Gönderme Tarihi: 28.09.2020

Rapor Hazırlama Tarihi: 30.09.2020

Rapor Yayım Tarihi:09.10.2020

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.....	8
7. YETERLİLİK TESTİ KATILIMCI LİSTESİ.....	19
8. KAYNAKLAR	19

TABLolar

TABLO 1. Metallerde Atanmış Değerler ve Standart Sapma Değerleri.....	5-6
TABLO- 2 Laboratuvarlardan Gelen Analiz Sonuçları Ve Metotlar.....	6
TABLO-3 Metal Parametreleri İçin z Skor Dağılımları, Başarı Yüzdeleri, Atanmış Değer ve Standart Sapma Değerleri.....	6-7-8
TABLO-4-17 Arası, Metallerde - z skor Tablosu ve z skor Grafiği.....	8-18

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 değerlendirilmesi 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; **Biyotada metaller kapsamında Al, As, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, V, Zn** parametrelerinde çalışan 4 laboratuvara toplamda 13 parametrede iki farklı numune ile yeterlilik testi düzenlemiştir.

Düzenlenen yeterlilik testinde numuneler, 16-18/09/2020 tarihleri aralığında laboratuvarlara gönderilmiş, 28.09.2020 tarihinde analiz sonuçları 3 laboratuvarlardan alınmıştır. **Laboratuvarlardan 1 tanesi arıza sebebi ile PT sonucunu gönderememiştir.**

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, Ek 2 Çalışma Talimatı ve Ek 3 Analiz Sonuç Formu** laboratuvarlara gönderilmiş ve yine Bakanlık resmi internet sitesinin duyurular bölümünde yayımlanmıştır.

Numune Hazırlama İşlemleri:

Laboratuvarlara numune olarak,

- Biyota Matriksinde IAEA-407 metaller; homojenlik, kararlılık testleri yapılmış ISO 17034 ve TS EN ISO/IEC 17025 metrolojik izlenebilirliği olan referans malzeme, 1 ve 3 nolu laboratuvarlara gönderilmiştir.
- Biyota Matriksinde IAEA-461 metaller, homojenlik, kararlılık testleri yapılmış ISO 17034 ve TS EN ISO/IEC 17025 metrolojik izlenebilirliği olan sertifikalı referans malzeme 2 ve 4 nolu laboratuvara gönderilmiştir

Numune Gönderim İşlemi:

Temin edilen Sertifikalı Referans Malzeme ve Referans Malzeme içeriğinde yer alan metal parametrelerinden **Al, As, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, V, Zn** **çalışan 4 laboratuvara gönderilmiştir.**

Metal numuneleri yaklaşık 1 gr olacak şekilde viallere alınmış, ambalajlanarak 16-18/09/2020 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. Her bir laboratuvar, gönderilen numunede kendi kapsamlarında var olan parametre ve metotlarda çalışmışlardır.

4. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI

Analiz sonuçlarının **28.09.2020** 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 1 laboratuvar olmuş ve cihaz arızası sebebi ile sonuç gönderilmediği beyan edilmiştir.

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

5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Biyota Matriksinde IAEA-407 ve IAEA-461 için değerlendirmede, sertifikalarda belirlenmiş atanmış değer ve standart sapma değerleri kullanılmıştır.

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

- ❖ Metal parametreleri için belirlenmiş atanmış değer ve standart sapma değerleri **Tablo-1** de,
 - ❖ Laboratuvarlardan Gelen Analiz Sonuçları ve Metotlar **Tablo- 2** de,
 - ❖ Metal parametreleri için z skor dağılımları, başarı yüzdeleri, atanmış değer ve standart sapma değerleri **Tablo-3** de,
 - ❖ Metal parametreleri için Laboratuvar z skor sonuçları her bir parametre için ayrı ayrı tablo ve grafik şeklinde **Tablo 4-17** da,
- verilmiştir.

z Skor Hesaplaması

z skor hesabı, sertifikadan alınan atanmış değer ve standart sapma değerleri kullanılarak aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır;

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

X : Sertifikada Belirtilen Atanmış Değer

x : Katılımcı Laboratuvar Sonucu

s : Sertifikada Belirtilen 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-1 METALLERDE ATANMIŞ DEĞERLER VE STANDART SAPMA Değerleri

1 Ve 3 Nolu Laboratuvarlar İçin

	Al mg/kg	As mg/kg	Cd mg/kg	Co mg/kg	Cr mg/kg	Cu mg/kg	Fe mg/kg	Hg mg/kg
Biyota								
A.D	13,8	12,6	0,19	0,10	0,73	3,28	146	0,222
SD	3,7	1,2	0,02	0,02	0,22	0,40	14	0,02
Biyota								
A.D	3,52	0,60	0,12	1,43	67,1	IAEA-407 sertifika değerleri kullanılmıştır.		
SD	0,32	0,18	0,06	0,20	3,8			

2 ve 4 Nolu Laboratuvarlar İçin

Biyota	Al mg/kg	As mg/kg	Cd mg/kg	Co mg/kg	Cr mg/kg	Cu mg/kg	Fe mg/kg	Hg mg/kg
A.D	870	30,2	0,57	4,78	27,0	26,1	2600	0,39
SD	160	1,50	0,04	0,60	2,40	2,0	220	0,04
Biyota	Mn mg/kg	Ni mg/kg	Pb mg/kg	V mg/kg	Zn mg/kg	IAEA-461 sertifika değerleri kullanılmıştır.		
A.D	333,0	106	25,8	6,86	156			
SD	20,0	8,0	1,7	0,67	11			

TABLO- 2 LABORATUVARLARDAN GELEN ANALİZ SONUÇLARI VE METOTLAR

Lab No	Al mg/kg	As mg/kg	Cd mg/kg	Co mg/kg	Cr mg/kg	Cu mg/kg	Fe mg/kg	Hg mg/kg	Mn mg/kg	Ni mg/kg	Pb mg/kg	V mg/kg	Zn mg/kg	Metotlar
1	24,8	13,1	0,66	0,10	1,72	4,29	0,20	0,20	1,03	3,01	1,42	68,0	EPA 3051 A ve EPA 200.7	
2	874,2	30,5	0,58	5,30	23,9	25,3	2511	0,35	315,9	102,3	24,0	6,20	158,3	EPA 3051 A, SM 3112 B ve EPA 200.7
3	14,8	12,6	0,19	0,10	0,72	3,34	143,4	0,22	0,63	0,13	1,46	67,6	EPA 3051 A, EPA 6020 ve TS EN ISO 17294-1 ve 2	

TABLO-3 METAL PARAMETRELERİ İÇİN Z SKOR DAĞILIMLARI, BAŞARI YÜZDELERİ, ATANMIŞ DEĞER VE STANDART SAPMA DEĞERLERİ

1 ve 3 Nolu Laboratuvarlar İçin

Değerlendirme Kriterleri	Al mg/kg	As mg/kg	Cd mg/kg	Co mg/kg	Cr mg/kg	Cu mg/kg	Fe mg/kg	Hg mg/kg
Lab Sayısı	2	2	2	2	2	2	1	2
Sonuç Sayısı	2	2	2	2	2	2	1	2
$ z \leq 2$	1	2	1	2	1	1	1	2
$ z < 2 < z < 3$	1	0	0	0	0	1	0	0
$ z \geq 3$	0	0	1	0	1	0	0	0
% Uygun	50	100	50	100	50	50	100	100
% Şüpheli	50	0	50	0	0	50	0	0
% Yetersiz	0	0	0	0	50	0	0	0
Max. Sonuç mg/kg	24,8	13,1	0,66	0,10	1,72	4,29	143,4	0,220
Min. Sonuç mg/kg	14,8	12,6	0,19	0,10	0,72	3,34	143,4	0,200
Atanmış Değer mg/kg	13,8	12,6	0,19	0,10	0,73	3,28	146	0,222
Standart Sapma	3,7	1,2	0,02	0,02	0,22	0,40	14	0,02

Değerlendirme Kriterleri	Mn mg/kg	Ni mg/kg	Pb mg/kg	V mg/kg	Zn mg/kg	
Lab Sayısı	0	2	2	2	2	<u>IAEA-407 sertifika değerleri kullanılmıştır.</u>
Sonuç Sayısı	0	2	2	2	2	
$ z \leq 2$	0	2	1	2	2	
$ z < 2 < z < 3$	0	0	0	0	0	
$ z \geq 3$	0	0	1	0	0	
% Uygun	0	100	50	100	100	
% Şüpheli	0	0	0	0	0	
% Yetersiz	0	0	50	0	0	
Max. Sonuç mg/kg	0	1,03	3,01	1,46	68,0	
Min. Sonuç mg/kg	0	0,63	0,13	1,42	67,6	
Atanmış Değer mg/kg	3,52	0,60	0,12	1,43	67,1	
Standart Sapma	0,32	0,18	0,06	0,20	3,8	

2 ve 4 Nolu Laboratuvarlar için

Değerlendirme Kriterleri	Al mg/kg	As mg/kg	Cd mg/kg	Co mg/kg	Cr mg/kg	Cu mg/kg	Fe mg/kg	Hg mg/kg
Lab Sayısı	1	1	1	1	1	1	1	1
Sonuç Sayısı	1	1	1	1	1	1	1	1
$ z \leq 2$	1	1	1	1	1	1	1	1
$ z < 2 < z < 3$	0	0	0	0	0	0	0	0
$ z \geq 3$	0	0	0	0	0	0	0	0
% Uygun	100	100	100	100	100	100	100	100
% Şüpheli	0	0	0	0	0	0	0	0
% Yetersiz	0	0	0	0	0	0	0	0
Max. Sonuç mg/kg	874,2	30,5	0,58	5,3	23,9	25,3	2511	0,35
Min. Sonuç mg/kg	874,2	30,5	0,58	5,3	23,9	25,3	2511	0,35
Atanmış Değer mg/kg	870	30,2	0,57	4,78	27,0	26,1	2600	0,39
Standart Sapma	160	1,5	0,04	0,60	2,4	2,0	220	0,04

Değerlendirme Kriterleri	Mn mg/kg	Ni mg/kg	Pb mg/kg	V mg/kg	Zn mg/kg	
Lab Sayısı	1	1	1	1	1	<u>IAEA-461 sertifika değerleri kullanılmıştır.</u>
Sonuç Sayısı	1	1	1	1	1	
$ z \leq 2$	1	1	1	1	1	
$ z < 2 < z < 3$	0	0	0	0	0	
$ z \geq 3$	0	0	0	0	0	
% Uygun	100	100	100	100	100	
% Şüpheli	0	0	0	0	0	
% Yetersiz	0	0	0	0	0	
Max. Değer mg/kg	315,9	102,3	24,0	6,20	158,3	
Min. Sonuç mg/kg	315,9	102,3	24,0	6,20	158,3	
Atanmış Değer mg/kg	333,0	106	25,8	6,86	156	
Standart Sapma	20,0	8,0	1,7	0,67	11	

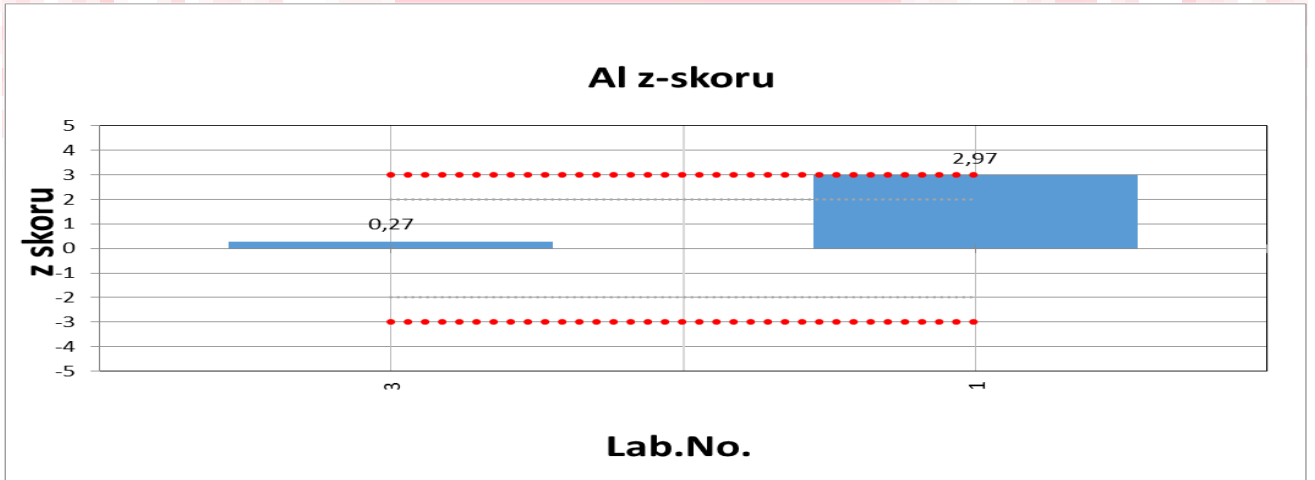
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

- Değerlendirme sonuçlarına göre IAEA-461 sertifikalı numuneyi yapan 2 nolu laboratuvar hepsinde başarılı olmuştur.4 nolu laboratuvar sonuç göndermemiştir.
- IAEA-407 sertifikalı numuneyi çalışan laboratuvarlarda ise, Al,Cd, Cr, Cu, Pb %50 ile başarılı olunmuştur. Diğerlerinde % 100 dür.
- Katılımcıların biyotada metal analiz sonuçlarına bakıldığında genel anlamda başarılı sonuç oranlarının yüksek olduğu görülmüştür.

Tablo-4 Al - z skor Tablosu ve z skor Grafiği

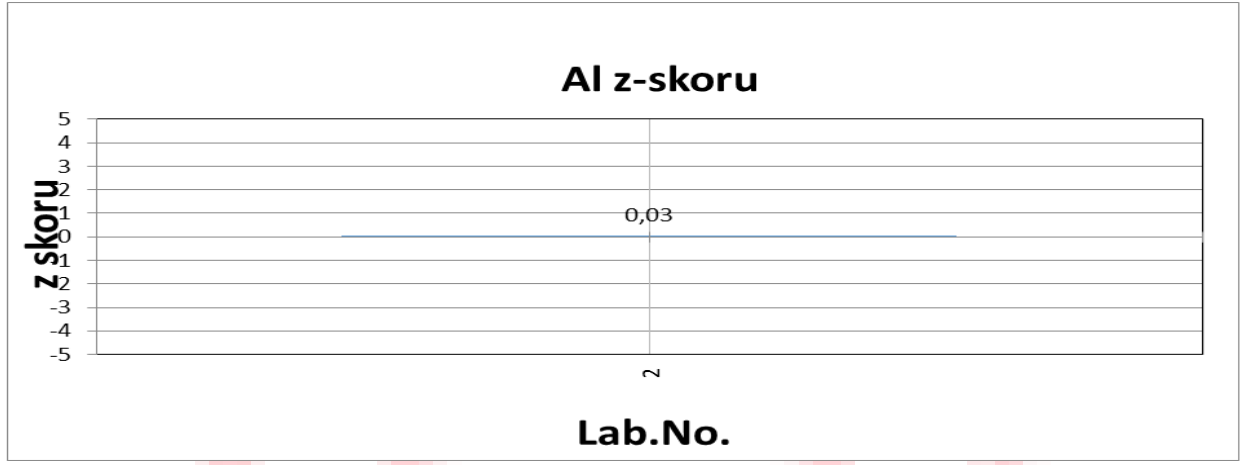
1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

Lab.No.	Al	z Skoru
3	14,8	0,27
1	24,8	2,97



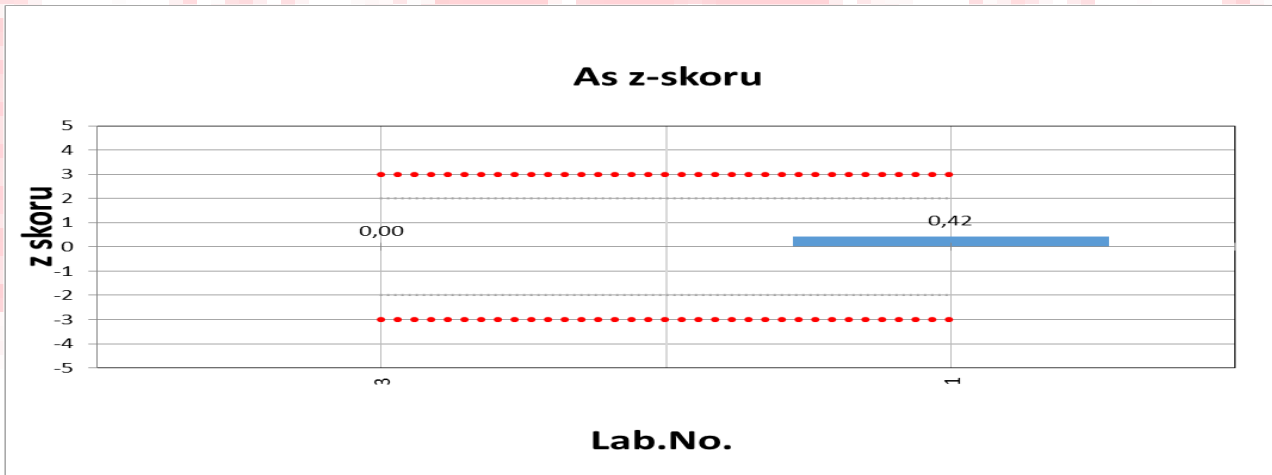
2 nolu Laboratuvar için

Lab.No.	Al	z Skoru
2	874,2	0,03



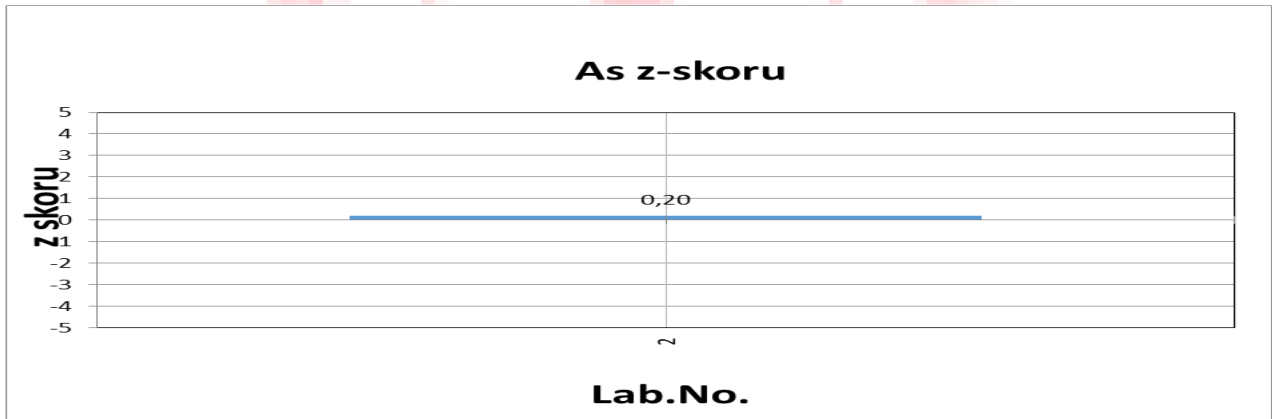
Tablo-6 As- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi
1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

Lab.No.	As	Z Skoru
3	12,6	0,00
1	13,1	0,42



2 nolu Laboratuvar için

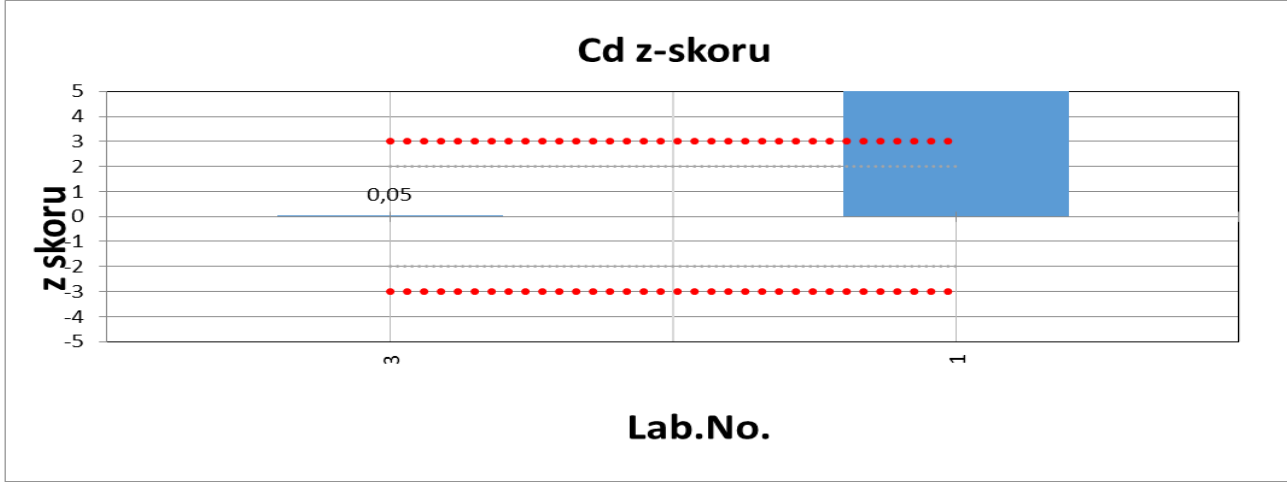
Lab.No.	As	Z Skoru
2	30,5	0,20



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

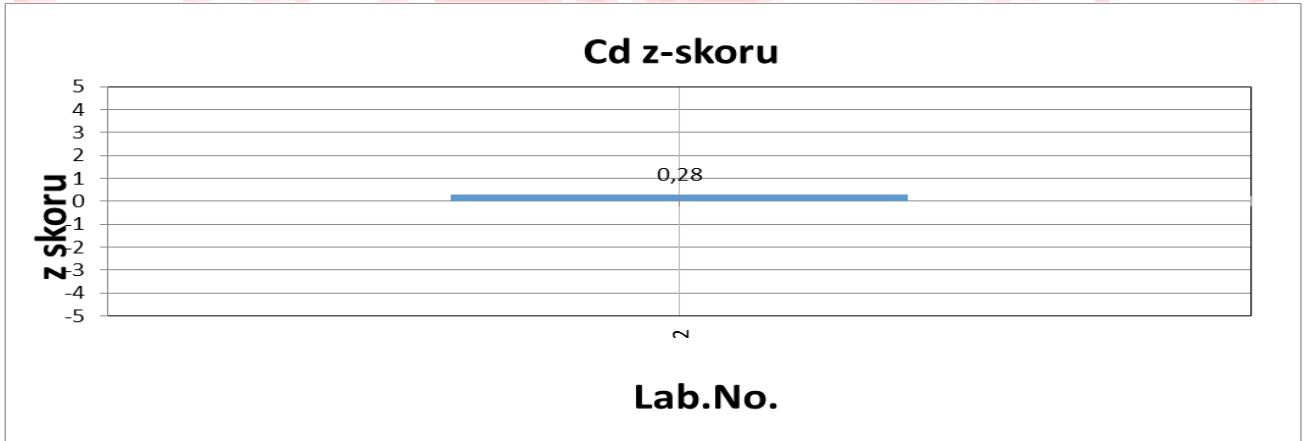
1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

Lab.No.	Cd	Z Skoru
3	0,19	0,05
1	0,66	24,79



2 nolu Laboratuvar için

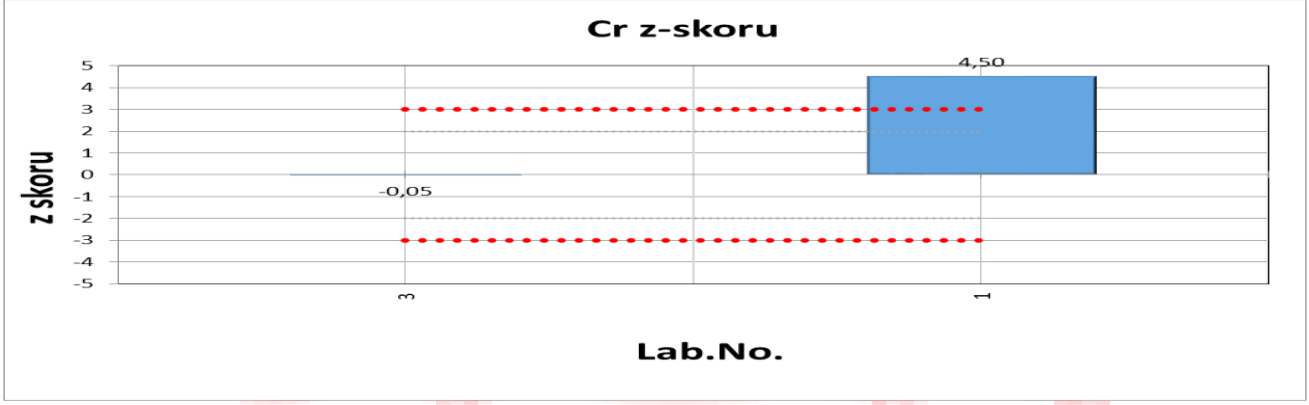
Lab.No.	Cd	Z Skoru
2	0,58	0,28



Tablo-8 Cr - z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

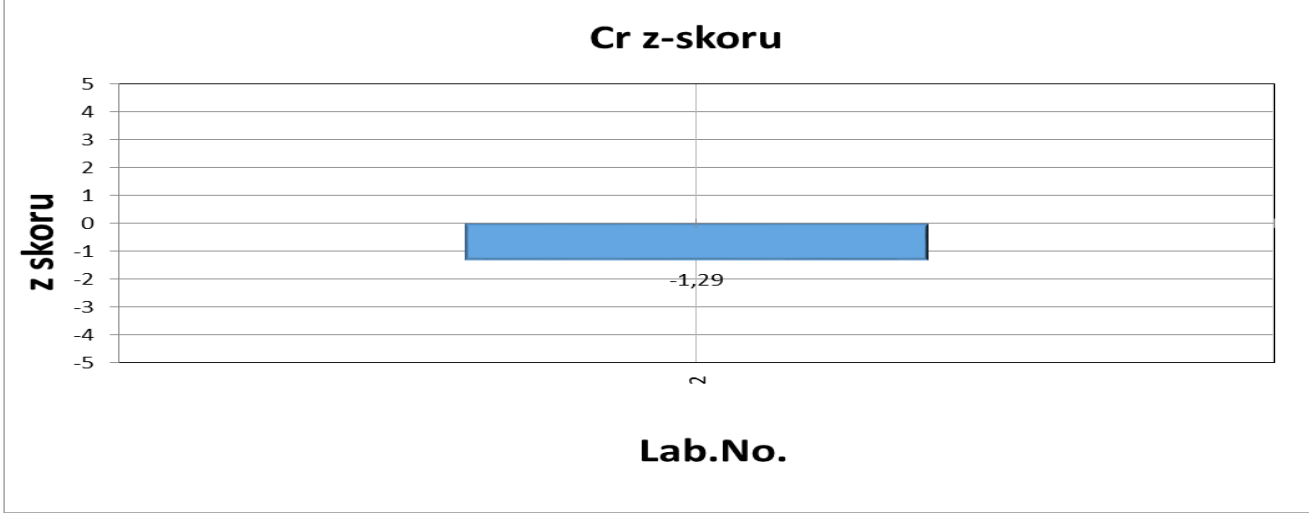
1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

Lab.No.	Cr	Z Skoru
3	0,72	-0,05
1	1,72	4,50



2 nolu Laboratuvar için

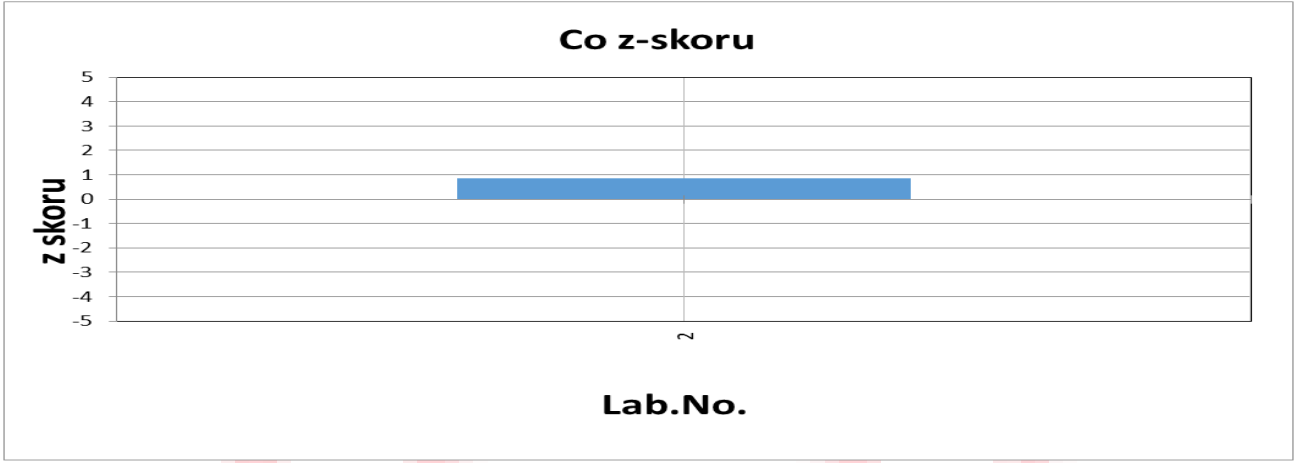
Lab.No.	Cr	Z Skoru
2	23,90	-1,29



Tablo-9 Co - z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

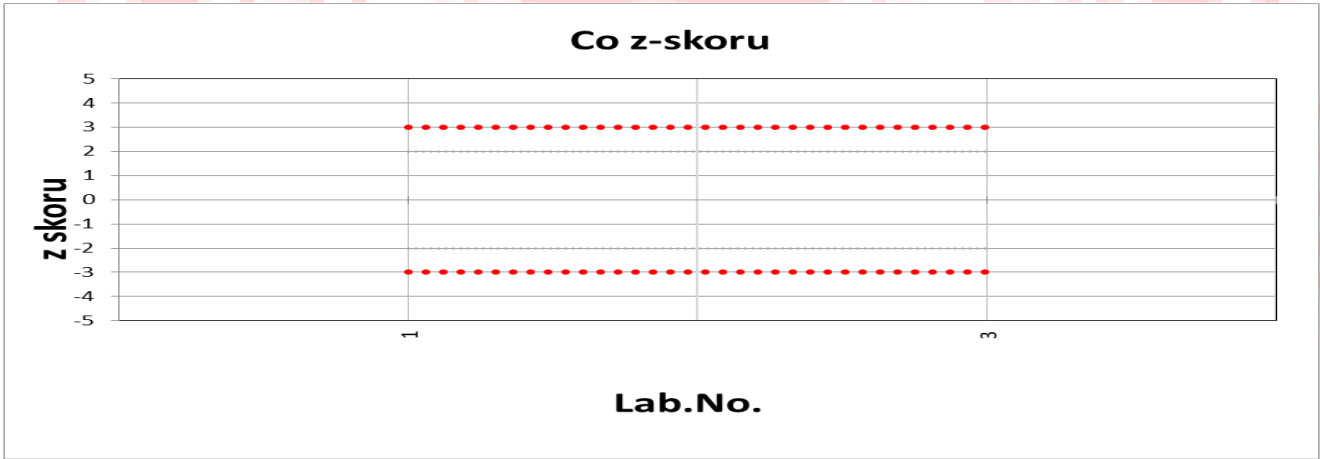
2 nolu Laboratuvar için

Lab.No.	Co	Z Skoru
2	5,3	0,87



1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

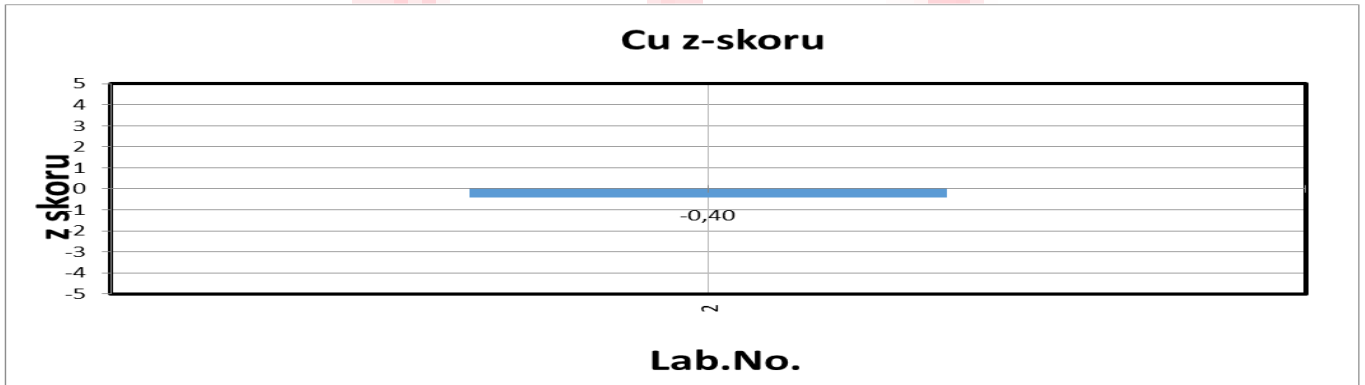
Lab.No.	Co	Z Skoru
1	0,10	0,00
3	0,10	0,00



Tablo-10 Cu - z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

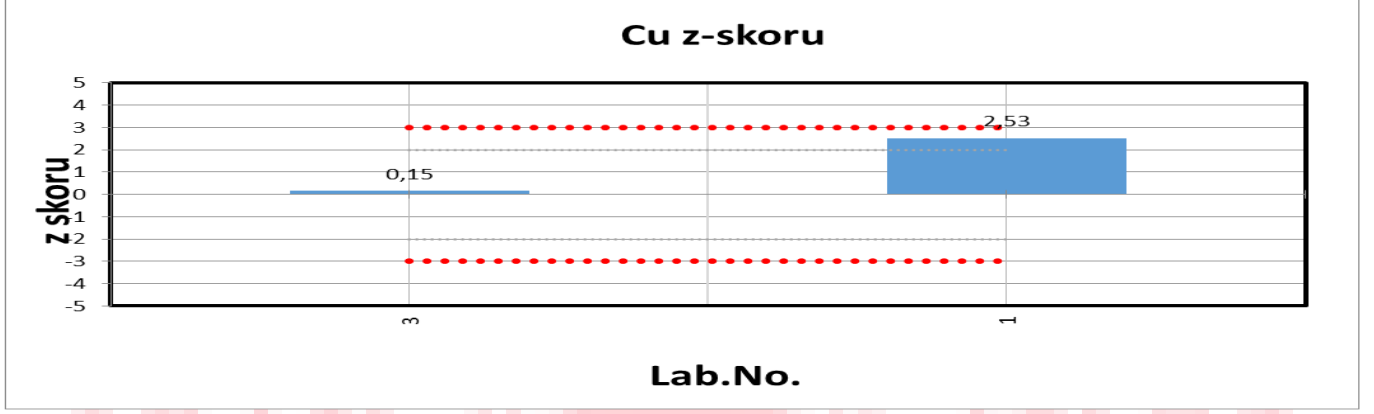
2 nolu Laboratuvar için

Lab.No.	Cu	Z Skoru
2	25,3	-0,40



1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

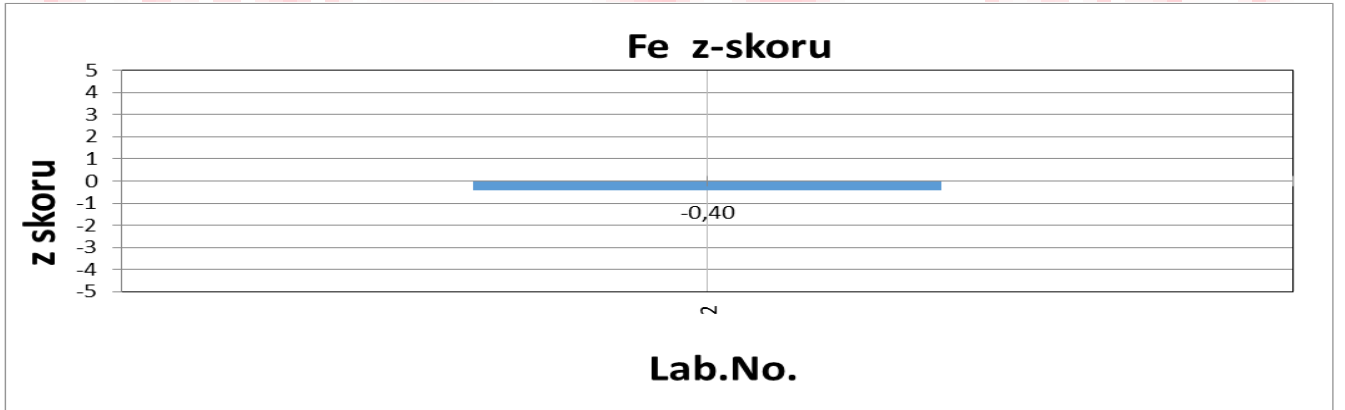
Lab.No.	Cu	Z Skoru
3	3,34	0,15
1	4,29	2,53



Tablo-11 Fe- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

2 nolu Laboratuvar için

Lab.No.	Fe	Z Skoru
2	2511	-0,40



1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

1 nolu laboratuvarın kapsamında yoktur

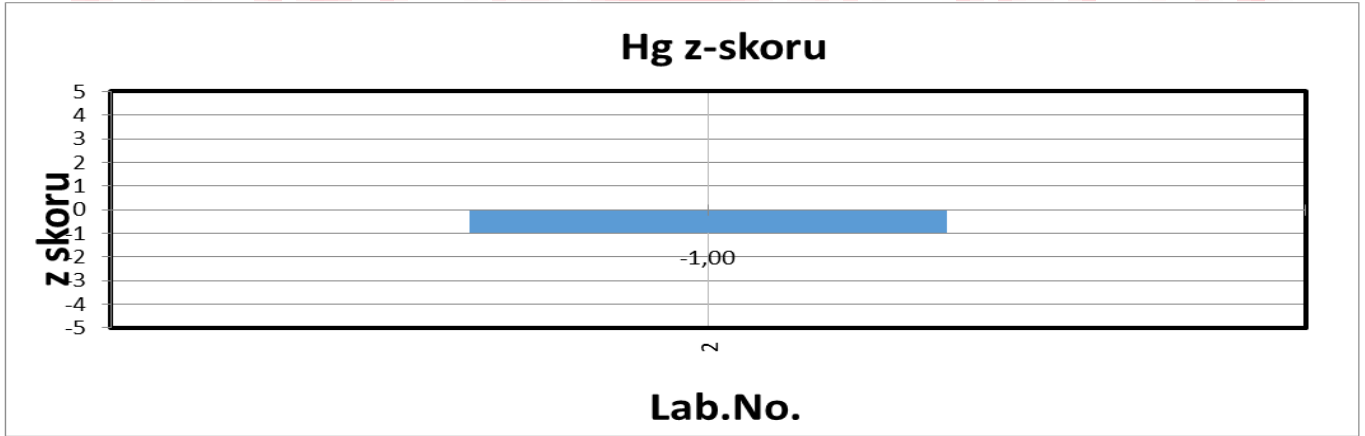
Lab.No.	Fe	Z Skoru
3	143,4	-0,19



Tablo-12 -Hg z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

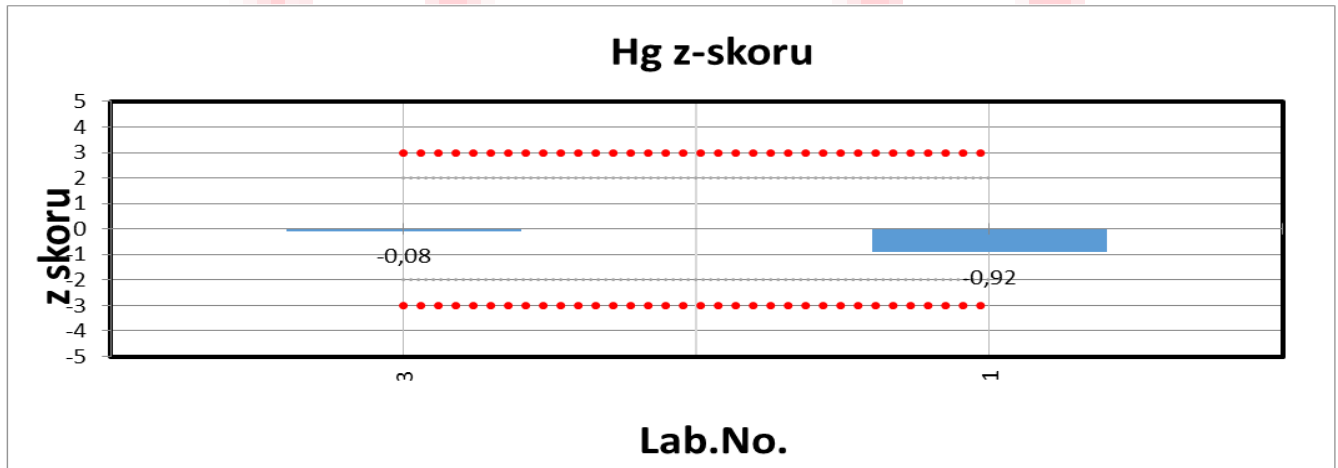
2 nolu Laboratuvar için

Lab.No.	Hg	Z Skoru
2	0,35	-1,00



1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

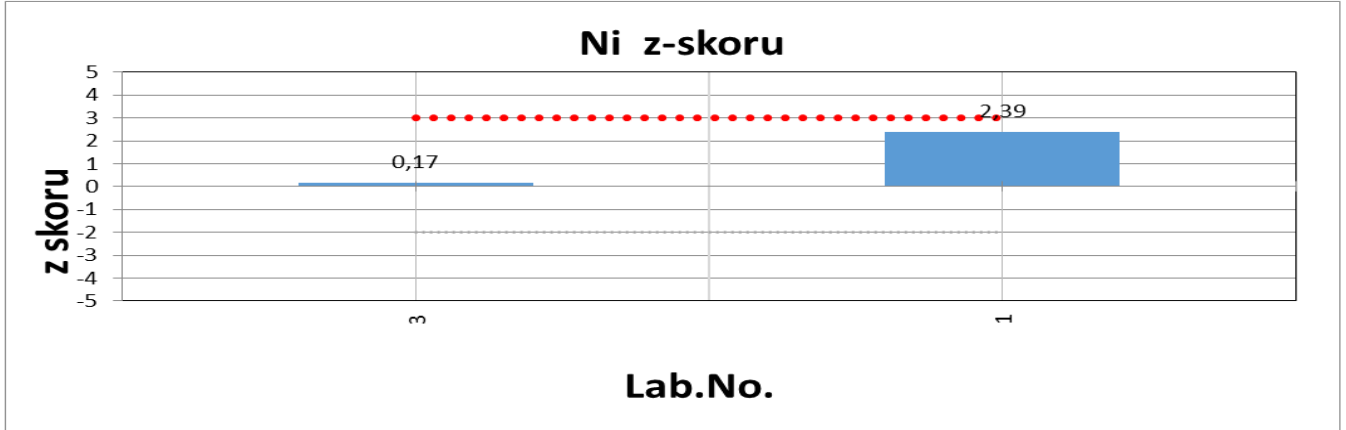
Lab.No.	Hg	Z Skoru
3	0,220	-0,08
1	0,20	-0,92



Tablo-13 Ni- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

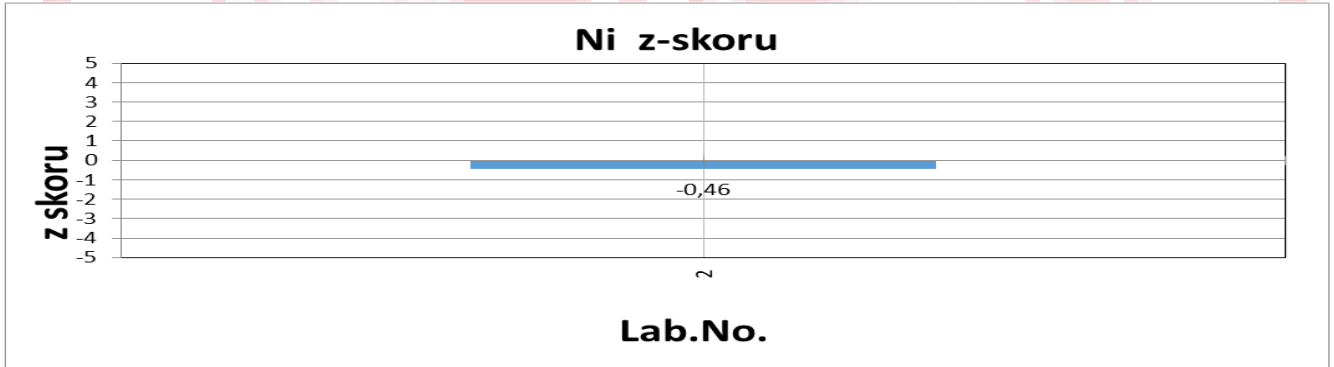
1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

Lab.No.	Ni	Z Skoru
3	0,63	0,17
1	1,03	2,39



2 nolu Laboratuvar için

Lab.No.	Ni	Z Skoru
2	102,30	-0,46

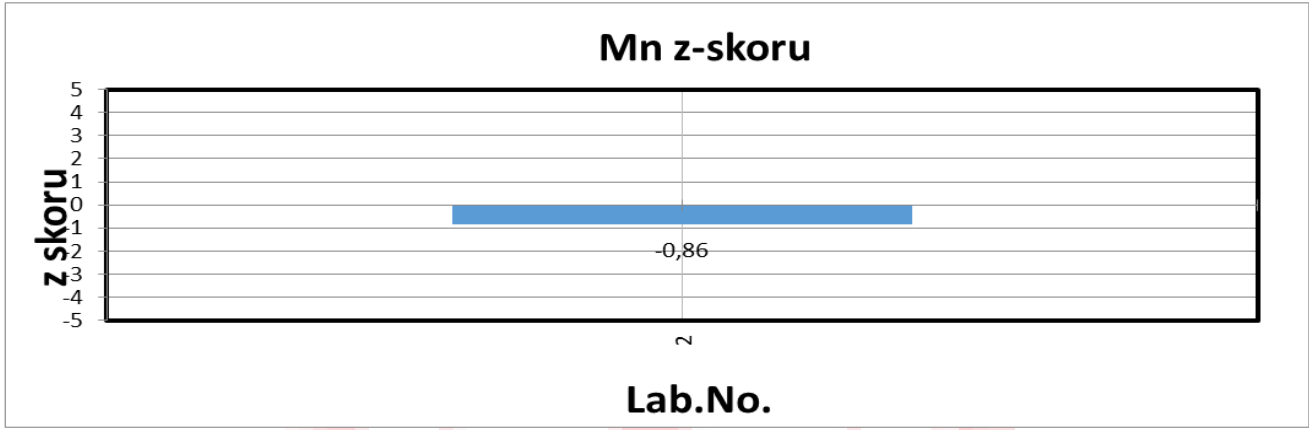


Tablo-14 Mn- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

2 nolu Laboratuvar için

1 ve 3 nolu laboratuvarların kapsamlarında yoktur

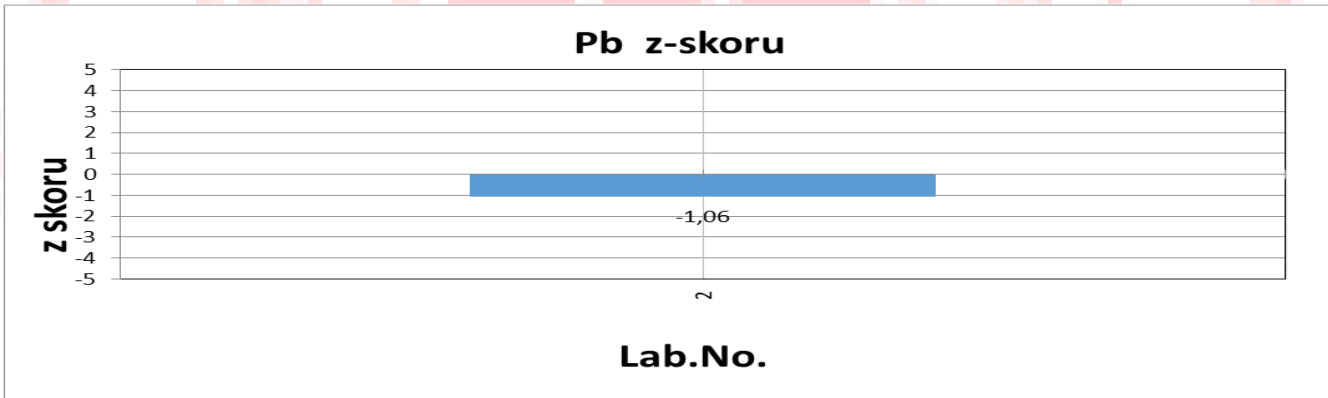
Lab.No.	Mn	Z Skoru
2	315,9	-0,86



Tablo-15 Pb- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

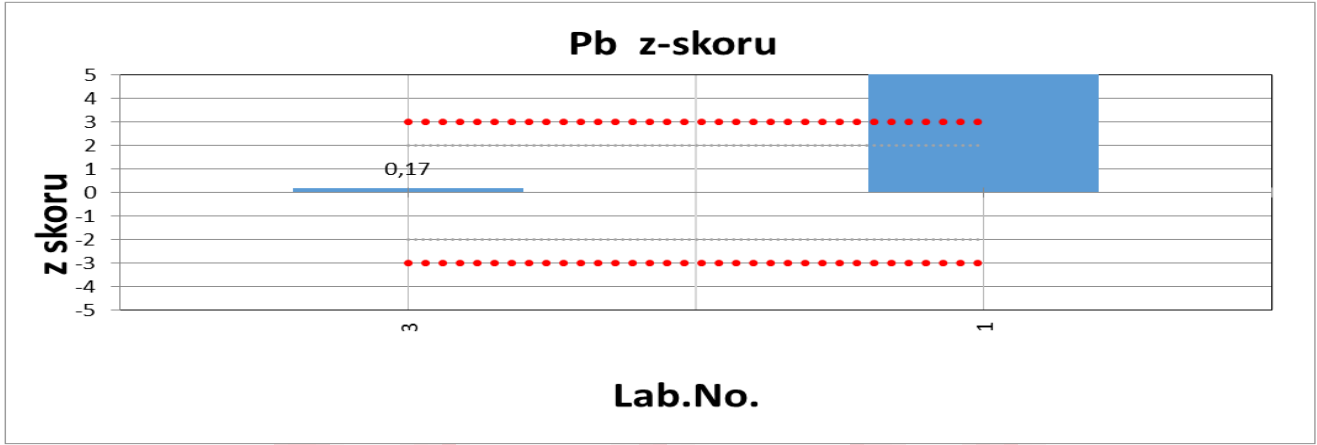
2 nolu Laboratuvar için

Lab.No.	Pb	Z Skoru
2	24,0	-1,06



1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

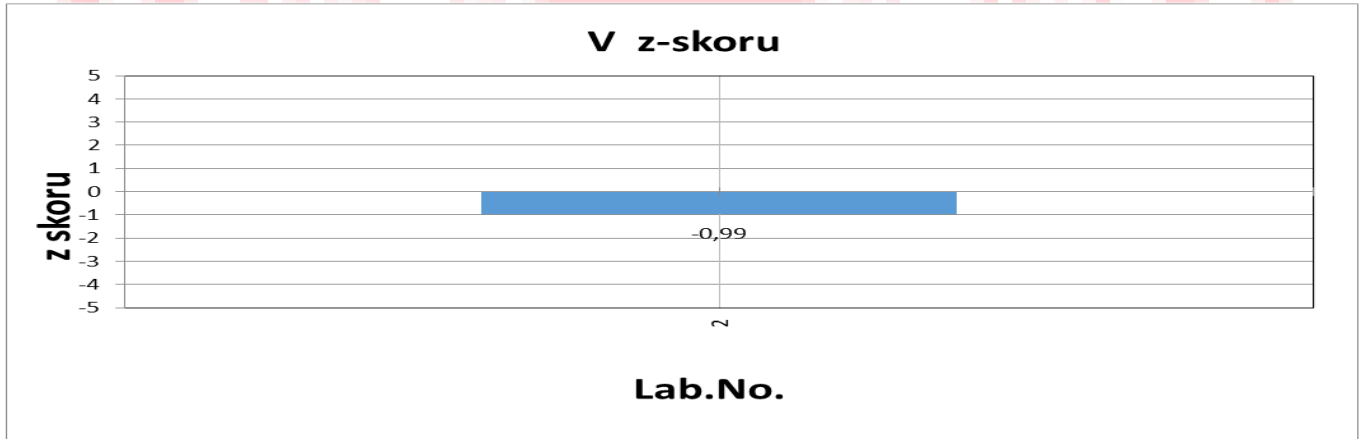
Lab.No.	Pb	Z Skoru
3	0,13	0,17
1	3,01	48,17



Tablo-16 V- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

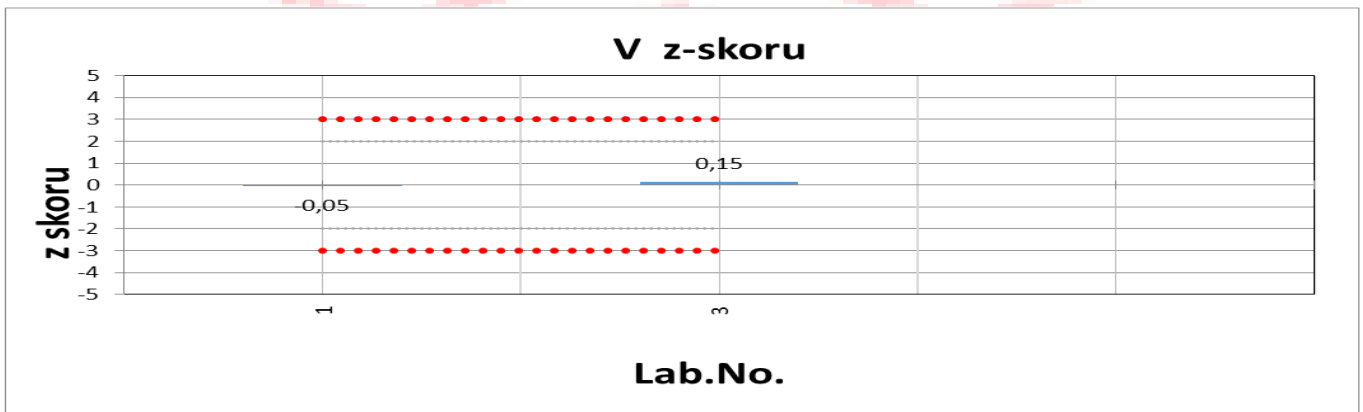
2 nolu Laboratuvar için

Lab.No.	V	Z Skoru
2	6,20	-0,99



1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

Lab.No.	V	Z Skoru
1	1,42	-0,05
3	1,46	0,15



Tablo-17 Zn- z skor Tablosu ve z skor Grafiđi

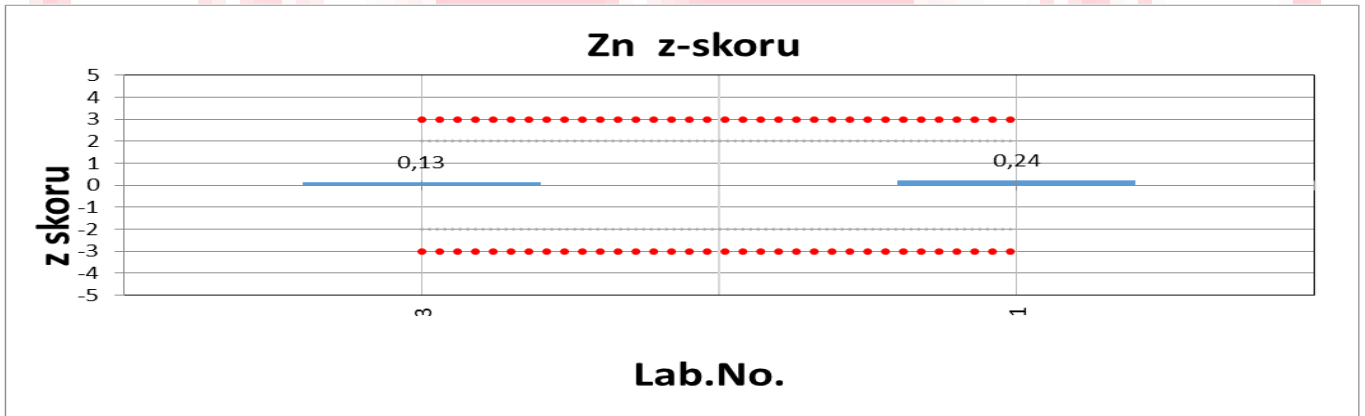
2 nolu Laboratuvar için

Lab.No.	Zn	Z Skoru
2	158,3	0,21



1 ve 3 nolu Laboratuvarlar için

Lab.No.	Zn	Z Skoru
3	67,6	0,13
1	68,0	0,24



7. YETERLİLİK TESTİ KATILIMCI LİSTESİ

KURUM/KURULUŞ ADI:

BAREM ÇEVRE LABORATUVAR VE DANIŞMANLIK HİZ. İLAÇ İNŞ. SAN. TIC. LTD. ŞTI.

MOSTLAB LABORATUVAR HİZMETLERİ A.Ş.

ARTEK MÜHENDİSLİK ÇEVRE ÖLÇÜM VE DANIŞMANLIK HİZ. TİC. A.Ş.

AEM ÇEVRE LABORATUVAR ANALİZ TİC.A.Ş

8. 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