

2020-02 SEDİMENT Kapsamında Yeterlilik Test Raporu

ÇRL-YT-2020/02 Kodlu PT

Rapor No: 02-2020

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: 04-06/11/2020

Analiz Sonuç Gönderme Tarihi: 20.11.2020

Rapor Hazırlama Tarihi: 25.12.2020

Rapor Yayım Tarihi: 28.12.2020

İÇİNDEKİLER

1. ÇALIŞMANIN AMACI.....	3
2. ÇALIŞMA PROGRAMI.....	3-4
3. KULLANILAN METOTLAR	4
4. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI.....	4
5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	5
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	8
7. YETERLİLİK TESTİ KATILIMCI LİSTESİ.....	18
8. KAYNAKLAR	18

TABLolar

TABLO 1. Metallerde ve PAH's da Atanmış Değerler ve Standart Sapma Değerleri.....	5-6
TABLO- 2 Laboratuvarlardan Gelen Analiz Sonuçları Ve Metotlar.....	6
TABLO-3 Metal ve PAH Parametreleri İçin z Skor Dağılımları, Başarı Yüzdeleri, Atanmış Değer ve Standart Sapma Değerleri.....	6-7-8
TABLO-4-25 Arası, Metallerde ve PAH's da - z skor Grafiği.....	9-18

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; **Sedimentte inorganik alanda metaller kapsamında 13 parametrede Al, As, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, Sn, V, Zn Organik alanda PAH's kapsamında 9 parametrede Fluorene, Phenanthrene, Anthracene, Fluoranthene, Benzo(b)fluoranthene, Benzo(k)fluoranthene, Benzo(a)pyrene, Indeno[1,2,3-c,d]pyrene, Benzo(g,h,i)perylene olmak üzere toplamda 22 parametrede iki numune ile yeterlilik testi düzenlemiştir.**

Düzenlenen yeterlilik testinde numuneler, **04-06/11/2020** tarihleri aralığında laboratuvarlara gönderilmiş, 20.11.2020 tarihinde analiz sonuçları 13 laboratuvardan alınmıştır. **Laboratuvarlardan 1 tanesi metallerde Alüminyum parametresinde iki farklı ön işlem ile sonuç gönderdiğinden rapor içinde ilgili laboratuvar o parametre için a ve b olarak tanımlanmıştır.**

Her iki numunenin (organik ve inorganik) gönderildiği laboratuvar sayısı 5 olup toplamda 13 laboratuvar teste katılmıştır.

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 Analiz Sonuç Formu laboratuvarlara gönderilmiş ve yine Bakanlık resmi internet sitesinin duyurular bölümünde yayımlanmıştır.

Numune Hazırlama İşlemleri:

Laboratuvarlara numune olarak,

- Sediment Matriksinde IAEA-458 inorganik alanda metaller için; homojenlik, kararlılık testleri yapılmış ISO 17034 ve TS EN ISO/IEC 17025 metrolojik izlenebilirliği olan referans malzeme kullanılmıştır.
- Sediment Matriksinde IAEA-459 organik alanda PAH's için, homojenlik, kararlılık testleri yapılmış ISO 17034 ve TS EN ISO/IEC 17025 metrolojik izlenebilirliği olan sertifikalı referans malzeme kullanılmıştır.

Numune Gönderim İşlemi:

Metal numuneleri yaklaşık 1 gr olacak şekilde cam tüplere alınmış, ambalajlanarak **04-06/11/2020** tarih aralığında laboratuvarlara ulaştırılacak biçimde kargoya verilmiş ve **laboratuvar numaraları numunenin üzerindeki etiketlerde** belirtilmiştir.

PAH numuneleri 10 gr olacak şekilde cam tüplere alınmış, ambalajlanarak **04-06/11/2020** 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 **20.11.2020** 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.

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

5. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Sonuçların değerlendirilmesi aşamasında Sediment Matriksinde IAEA-458 ve IAEA-459 sertifikalarında 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 ve PAH parametreleri için belirlenmiş atanmış değer ve standart sapma değerleri **Tablo-1** de,
 - ❖ Laboratuvarlardan Gelen Analiz Sonuçları ve Metotlar **Tablo- 2** de,
 - ❖ Metal ve PAH parametreleri için z skor dağılımları, başarı yüzdeleri, atanmış değer ve standart sapma değerleri **Tablo-3** de,
 - ❖ Metal ve PAH parametreleri için z skor sonuç grafikleri **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

$|z| \leq 2$ 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 METALLERDE ve PAH LARDA ATANMIŞ DEĞERLER VE STANDART SAPMA Değerleri

Sediment	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	82800	10,0	0,49	15,6	91,5	48,1	40700	0,044

SD	4200	0,8	0,03	1,2	8,6	3,1	2000	0,003
Sediment	Ni mg/kg	Pb mg/kg	Sn mg/kg	V mg/kg	Zn mg/kg	IAEA-458 sertifika değerleri kullanılmıştır.		
A.D	40	35,5	5,58	99,8	154			
SD	2,8	2,0	0,71	9,6	7			

Sediment	Fluorene µg/kg	Phenanthrene µg/kg	Anthracene µg/kg	Fluoranthene µg/kg	IAEA-459 sertifika değerleri kullanılmıştır.	
A.D	4,7	33,9	6,0	37,3		
SD	1,9	6,0	1,0	3,0		
Sediment	Benzo (b) fluoranthene µg/kg	Benzo(k) fluoranthene µg/kg	Benzo(a) pyrene µg/kg	Indeno [1,2,3-c,d]pyrene µg/kg		Benzo (g,h,i)perylene µg/kg
A.D	44,1	19,0	22,7	36,0		36,0
SD	9,3	5,3	4,3	11,0		11,0

TABLO- 2 LABORATUVARLARDAN GELEN ANALİZ SONUÇLARI VE METOTLAR

Lab.No.	Metotlar															Fluorene Phenanthrene Anthracene Fluoranthene Benzo (b) fluoranthene Benzo(k)fluoranthene Benzo(a)pyrene Indeno[1,2,3-c,d]pyrene Benzo(g,h,i)perylene										Metotlar				
	Sütun1	Sütun2	Sütun3	Sütun4	Sütun5	Sütun6	Sütun7	Sütun8	Sütun9	Sütun10	Sütun11	Sütun12	Sütun13	Sütun14	Sütun15	Sütun16	Sütun17	Sütun18	Sütun19	Sütun20	Sütun21	Sütun22	Sütun23	Sütun24	Sütun25					
1	80430	9,60	0,481	14,80	83,60	49,70	39120	<0,1	38,60	34,10	5,20	94,20	149,10	EPA 3051 A EPA 6020	<20	30,90	<20	35,90	40,20	20,10	21,30	34,10	38,70	EPA 3550 EPA 8270						
2	...	10,70	0,60	16,00	72,80	46,60	...	<0,5	37,10	31,40	<25	79,20	148,90	EPA 200.7																
3	20114	8,20	0,50	11,90	62,00	34,30	21172	0,100	29,90	22,40	3,60	39,90	90,20	EPA 3051 A ve EPA 6020																
4	75150	9,80	<1,250	16,30	90,20	48,70	40791	<0,625	38,2	34,10	5,90	92,30	152,00	EPA 3051 A EPA 200.7																
5	81581	9,60	0,50	15,30	99,40	46,40	40936	<0,1	37,50	35,40	5,60	90,80	149,10	EPA 3051 A EPA 6010	5,80	29,60	5,80	37,50	40,80	14,60	22,50	26,50	43,10	EPA 3540 EPA 8270						
6	82077	9,80	0,517	15,20	94,60	46,70	39913	0,045	39,20	34,50	5,10	94,10	148,90	EPA 3051 A TS EN 17294-1 ve 2																
7	65420	10,60	0,50	14,90	63,60	48,40	38490	0,130	34,60	35,80	5,10	79,60	145,50	EPA 3051 A EPA 200.7	4,60	36,40	5,30	35,20	41,80	22,10	20,30	37,80	28,80	EPA 3540 C ve EPA 8270 E						
8	47720	3,40	0,50	14,10	64,50	39,20	38750	0,200	34,00	29,00	3,80	71,70	149,60	EPA 3051 A ve EPA 6010	<29,5	42,10	<29,2	31,60	<35,3	<37,5	<37,4	<38	<33,9	EPA 3545 A ve EPA 8270 E						
9	42003	7,20	<1	11,70	70,60	47,80	30098	5,700	31,20	13,60	5,00	63,30	133,80	EPA 3051 A ve EPA 200.7																
10	79132	9,30	0,51	14,90	91,20	46,70	40764	0,044	39,10	35,40	5,80	103,20	149,20	EPA 3051 A TS EN 17294-1 ve 2																
11	79093	9,30	0,50	14,30	91,10	45,40	40011		38,90	36,10	5,80	102,90	149,10	EPA 200.7																
12	12-a 46035	9,50	0,50	15,50	84,40	46,10	40026	0,042	37,70	34,90	5,10	97,70	152,50	EPA 3051 A ve EPA 6020 B	<50	35,00	<25	<50	45,00	<25	<25	39,00	<50	EN 16181						
12	12-b 00361,4																													
13		<10		11,60	51,50	47,60	31107	6,40	29,00	12,30	<20	20,30	119,40	EPA 3051 A EPA 200.7																

TABLO-3 METALLERDE ve PAH LARDA Z SKOR DAĞILIMLARI, BAŞARI YÜZDELERİ, ATANMIŞ DEĞER VE STANDART SAPMA DEĞERLERİ

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	12	12	10	13	13	13	12	8

Sonuç Sayısı	12	12	10	13	13	13	12	8
$ z \leq 2$	7	9	9	10	7	11	9	3
$ z < 2 < z < 3$	0,0	1,00	0,00	0,00	2,00	1,00	0,00	0,00
$ z \geq 3$	5,00	2,00	1,00	3,00	4,00	1,00	3,00	5,00
% Uygun	58,3	75,0	90,0	76,9	53,8	84,6	75,0	37,5
% Şüpheli	0,0	8,3	0,0	0,0	15,4	7,7	0,0	0,0
% Yetersiz	41,7	16,7	10,0	23,1	30,8	7,7	25,0	62,5
Atanmış Değer mg/kg	82800	10,0	0,49	15,6	91,5	48,1	40700	0,044
Standart Sapma	4200	0,8	0,03	1,2	8,6	3,1	2000	0,003

Değerlendirme Kriterleri	Ni mg/kg	Pb mg/kg	Sn mg/kg	V mg/kg	Zn mg/kg
Lab Sayısı	13	13	11	13	13
Sonuç Sayısı	13	13	11	13	13
$ z \leq 2$	9	8	9	7	10
$ z < 2 < z < 3$	1,00	1,00	2,00	3,00	1,00
$ z \geq 3$	3,00	4,00	0,00	3,00	2,00
% Uygun	69,2	61,5	81,8	53,8	76,9
% Şüpheli	7,7	7,7	18,2	23,1	7,7
% Yetersiz	23,1	30,8	0,0	23,1	15,4
Atanmış Değer mg/kg	40	35,5	5,58	99,8	154
Standart Sapma	2,8	2,0	0,71	9,6	7

IAEA-458 sertifika değerleri kullanılmıştır.

Değerlendirme Kriterleri	Fluorene µg/kg	Phenanthrene µg/kg	Anthracene µg/kg	Fluoranthene µg/kg	Benzo (b) fluoranthene µg/kg	Benzo(k) fluoranthene µg/kg	Benzo(a) pyrene µg/kg	Indeno [1,2,3-c,d]pyrene µg/kg
Lab Sayısı	2	5	2	4	4	3	3	4
Sonuç Sayısı	2	5	2	4	4	3	3	4
$ z \leq 2$	2	5	2	4	4	3	3	4
$ z < 2 < z < 3$	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
$ z \geq 3$	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
% Uygun	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0
% Şüpheli	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
% Yetersiz	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Atanmış Değer µg/kg	4,7	33,9	6,0	37,3	44,1	19,0	22,7	36,0
Standart Sapma	1,9	6,0	1,0	3,0	9,3	5,3	4,3	11,0

Değerlendirme Kriterleri	Benzo (g,h,i)perylene µg/kg
Lab Sayısı	3
Sonuç Sayısı	3
$ z \leq 2$	3
$ z < 2 < z < 3$	0,00
$ z \geq 3$	0,00
% Uygun	100,0

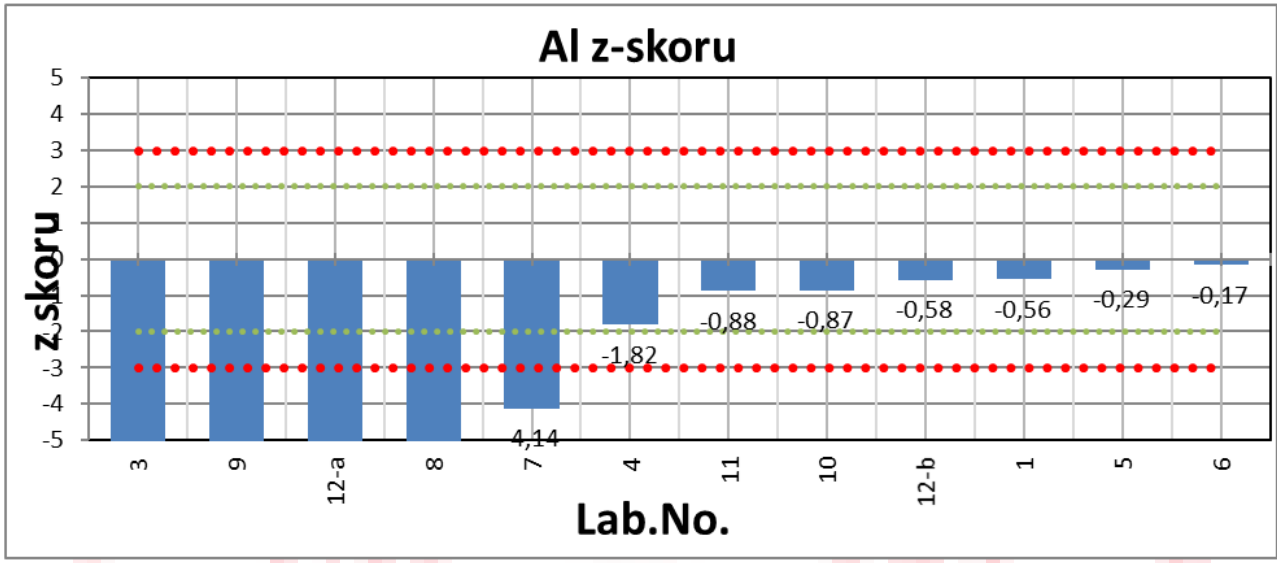
IAEA- 459 sertifika değerleri kullanılmıştır.

% Şüpheli	0,0
% Yetersiz	0,0
Atanmış Değer µg/kg	36,0
Standart Sapma	11,0

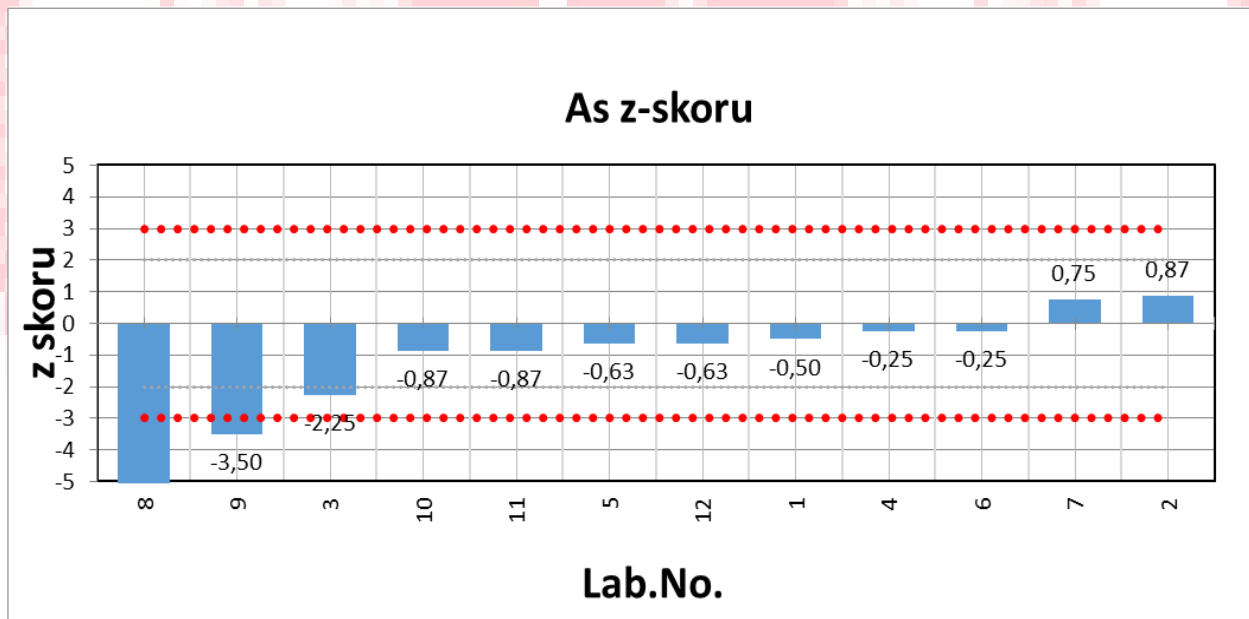
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

- Değerlendirme sonuçlarına göre organik içerikli IAEA-459 sertifika numaralı PAH numunesini yapan laboratuvarlar gönderdikleri sonuçların hepsinde başarılı olmuştur. Ancak 2 laboratuvarın dedeksiyon limit değerleri daha yüksekte olduğu için bir çok parametrede < ifadesi ile sonuç göndermiş ve değerlendirme dışı kalmıştır. Bu laboratuvarların µg/kg sonuç seviyesinde gelebilecek numuneler için çalışma aralığını gözden geçirmesi önerilmektedir.
- İnorganik içerikli IAEA-458 sertifika numaralı metal numunesini çalışan 13 laboratuvardan Hg parametresi için 8 laboratuvar dedeksiyon limite takılmadan sonuç gönderebilmiş ancak başarının %37,5 ile oldukça düşük seviyede olduğu görülmüştür. Laboratuvarların Hidrür Sistemi ile çalışma prensiplerini gözden geçirmesi önerilmektedir.
- İnorganik içerikli IAEA-458 sertifika numaralı metal numunesini çalışan 13 laboratuvardan Al parametresi için 12 laboratuvar sonuç gönderebilmiş ancak başarının % 58,3 ile düşük seviyede olduğu görülmüştür. Laboratuvarların ön işlemden önce yakma aşamasında kullandıkları asitler ile geri kazanımlarını gözden geçirmeleri önerilmektedir.
- İnorganik içerikli IAEA-458 sertifika numaralı metal numunesini çalışan 13 laboratuvardan V parametresi için 13 laboratuvarda sonuç gönderebilmiş ancak başarının % 53,8 ile düşük seviyede olduğu görülmüştür. Laboratuvarların ön işlemden önce yakma aşamasında kullandıkları asitler ile geri kazanımlarını gözden geçirmeleri önerilmektedir.
- İnorganik içerikli IAEA-458 sertifika numaralı metal numunesi için genel olarak başarılar diğer parametrelerde ortalama seviyededir. En yüksek %90 ile Cd parametresinde başarılı olunduğu görülmüştür. Bu durumda metallerde ön işlemler gözden geçirilmeli ve sebep analizi yapılarak kök nedene ulaşılmalıdır.

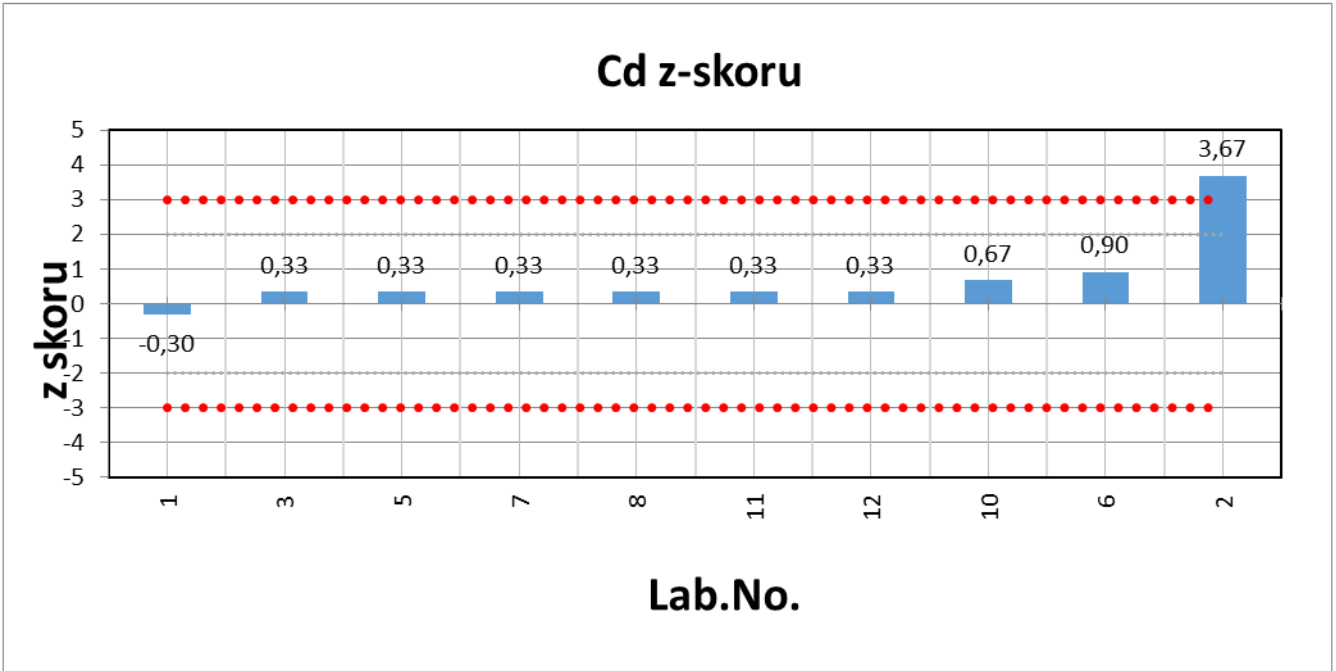
Tablo-4 Al- z skor Grafiği



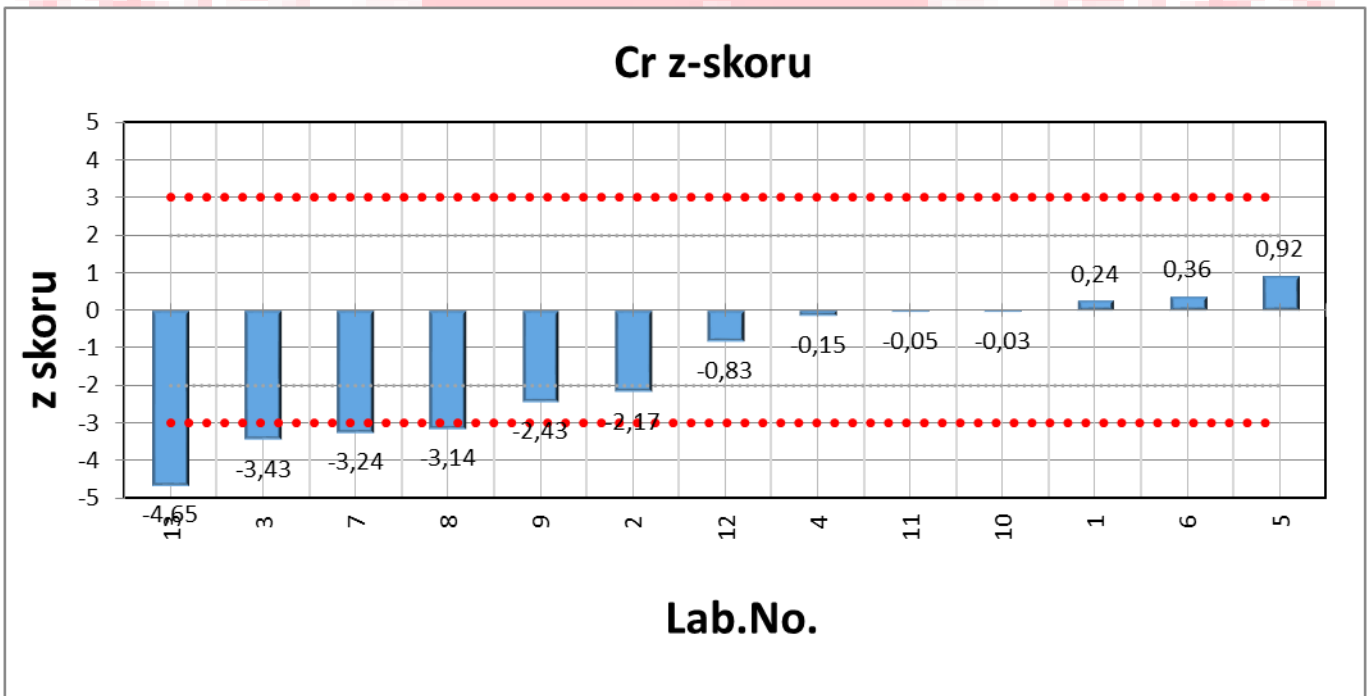
Tablo-5 As- z skor Grafiği



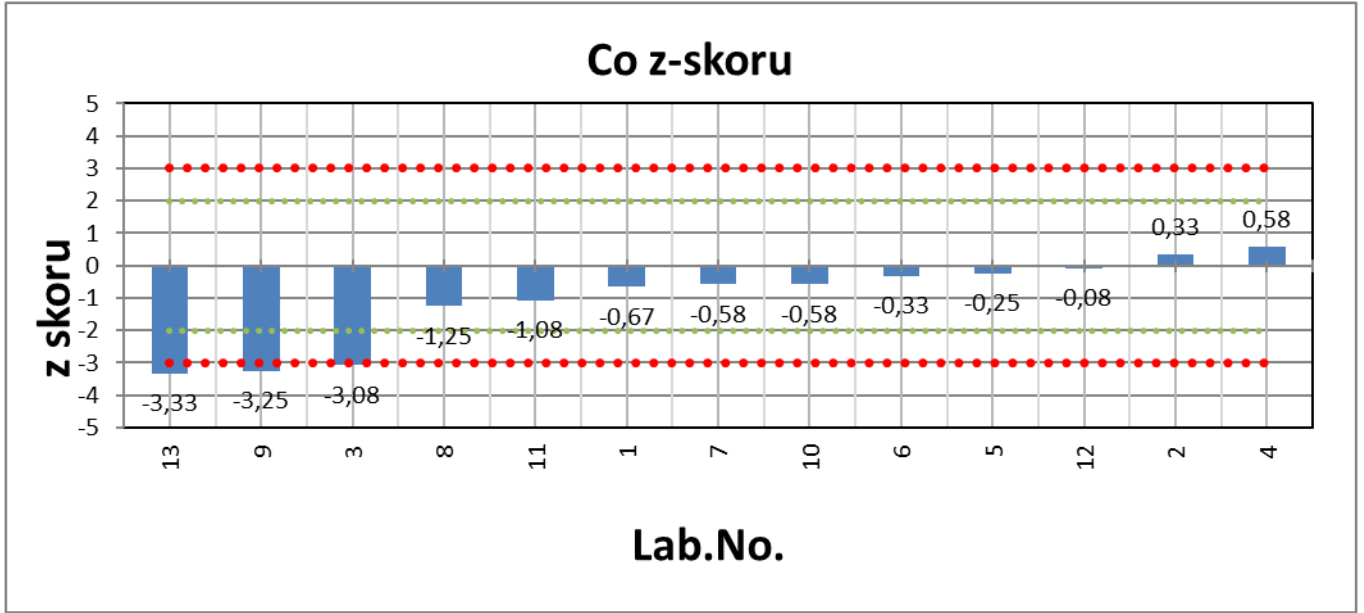
Tablo-6 Cd - z skor Grafiği



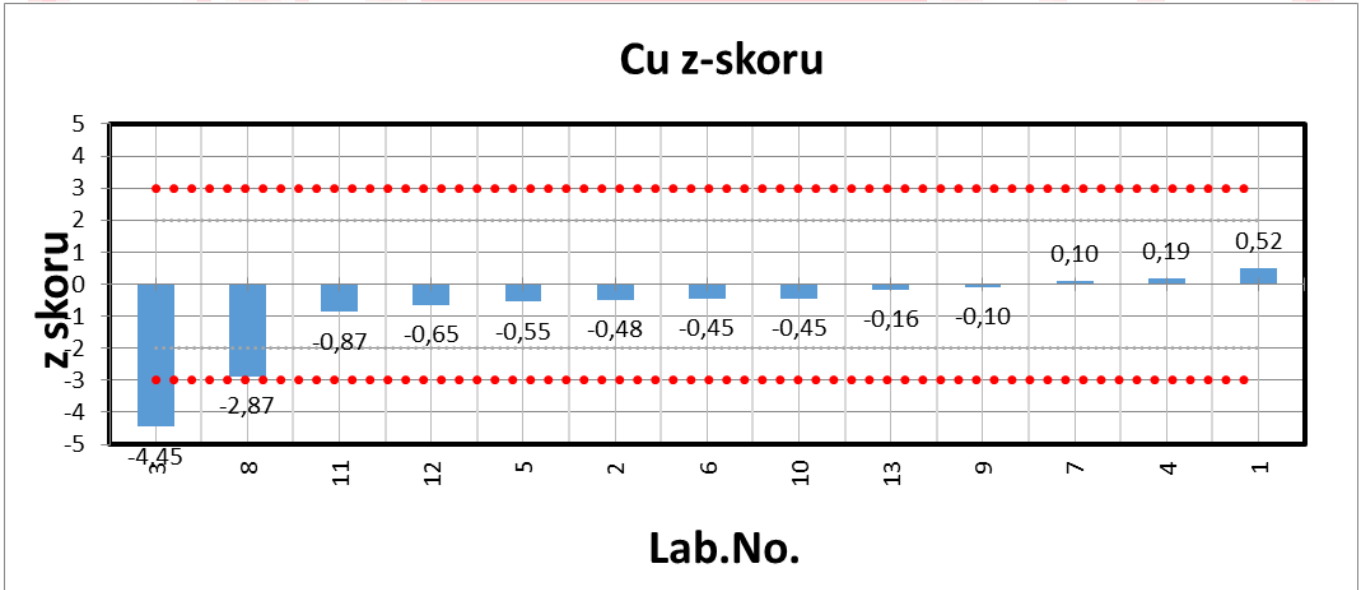
Tablo-7 Cr - z skor Grafiği



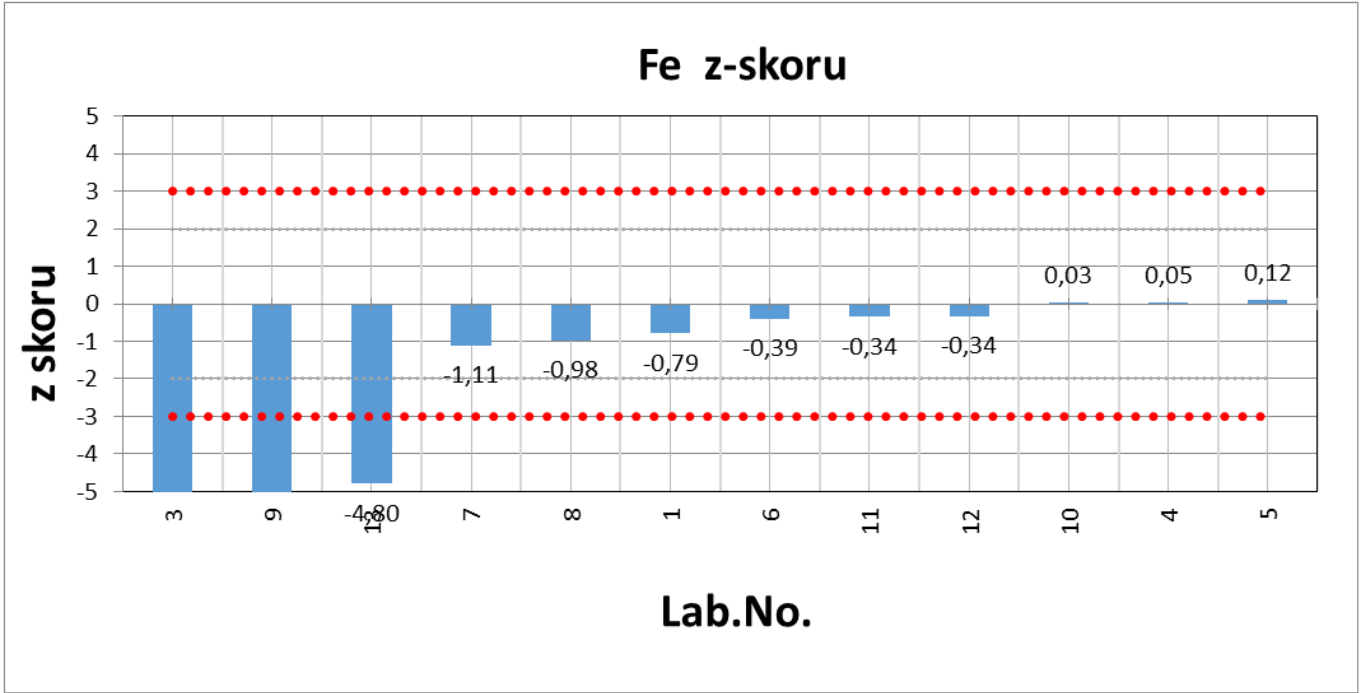
Tablo-8 Co- z skor Grafiği



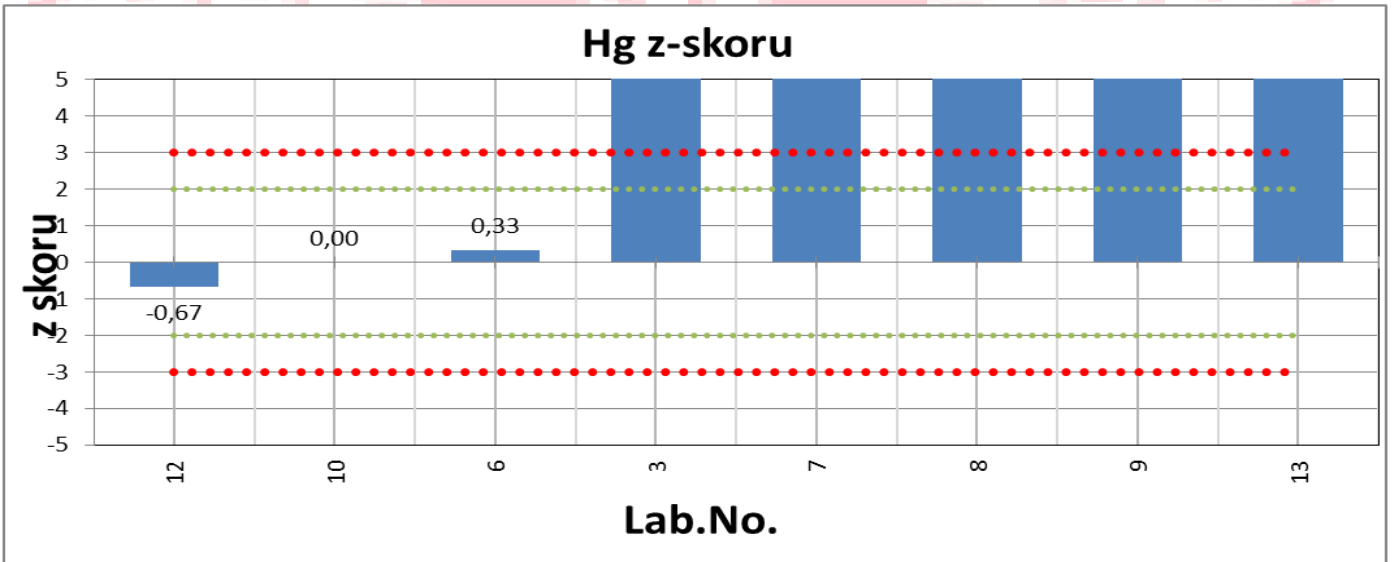
Tablo-9 Cu - z skor Grafiği



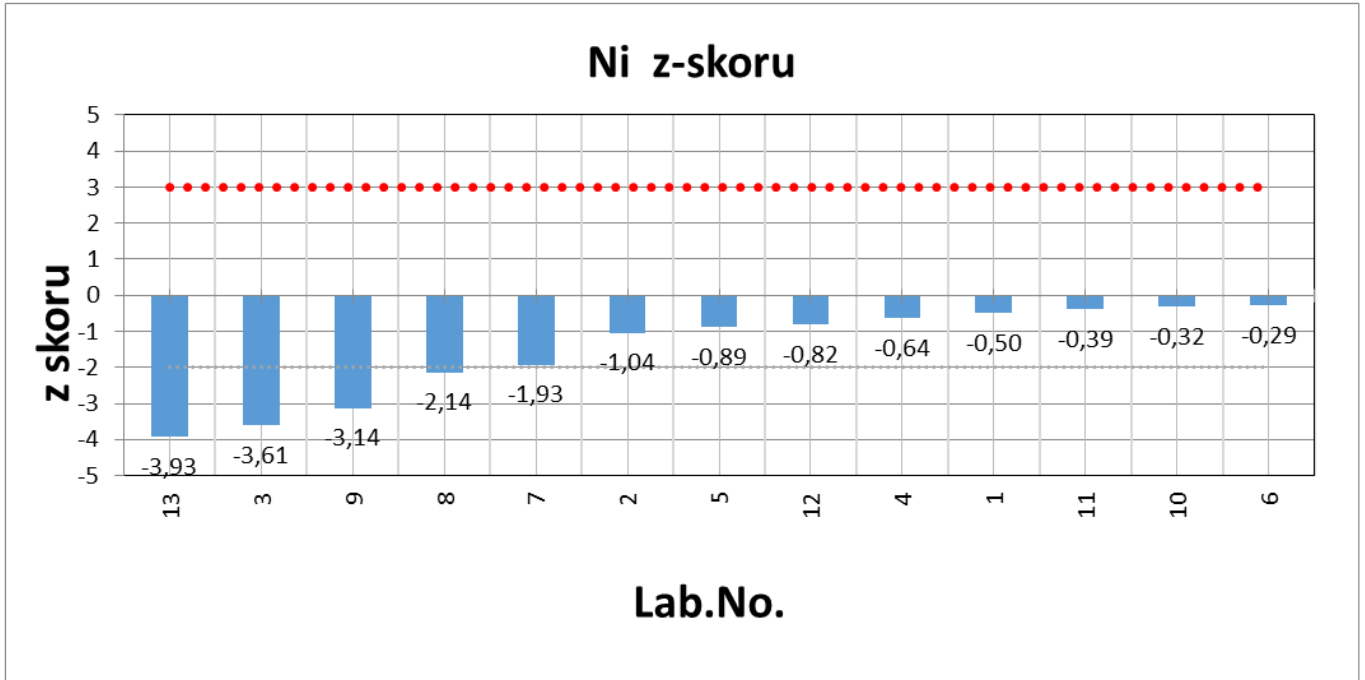
Tablo-10 Fe- z skor Grafiği



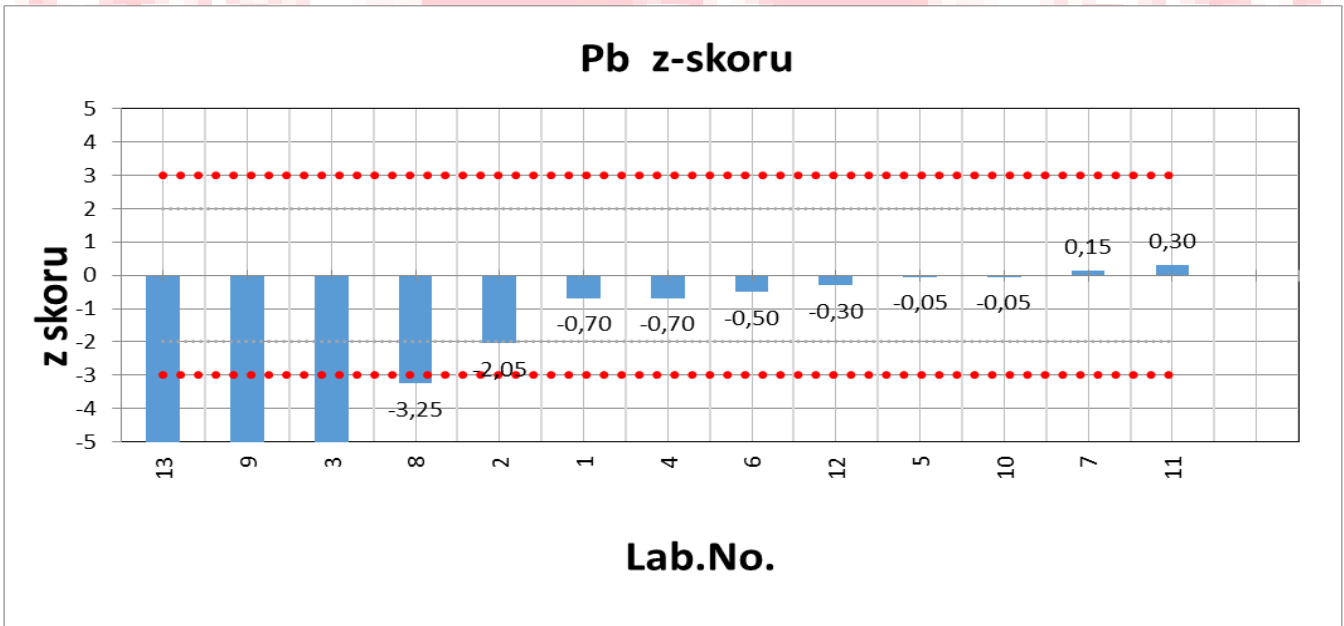
Tablo-11 -Hg z skor Grafiği



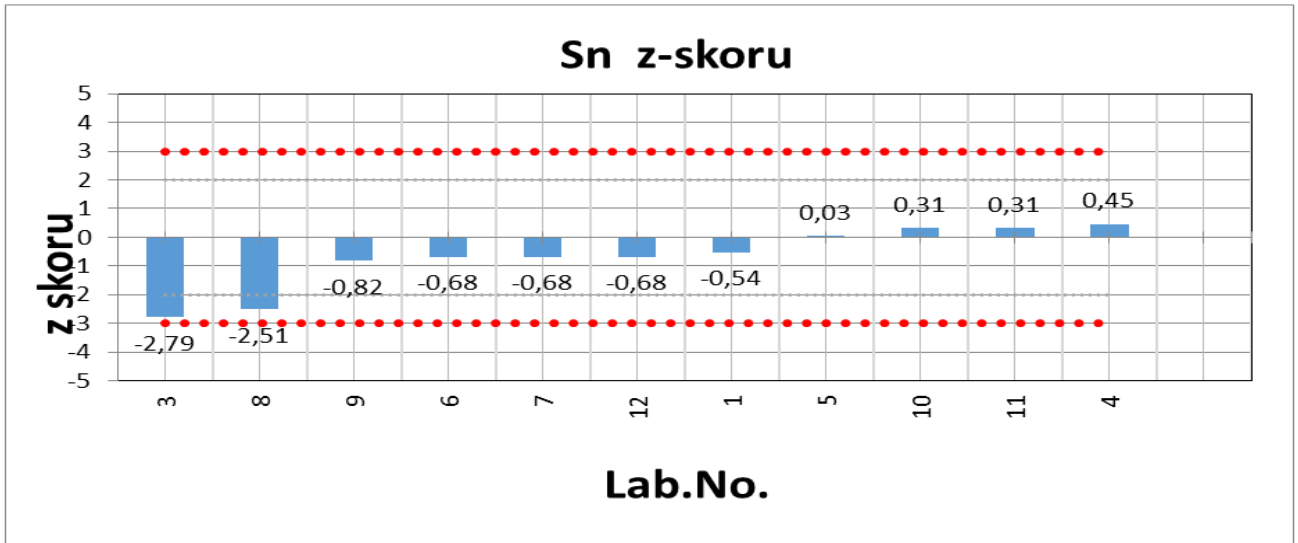
Tablo-12 Ni- z skor Grafiği



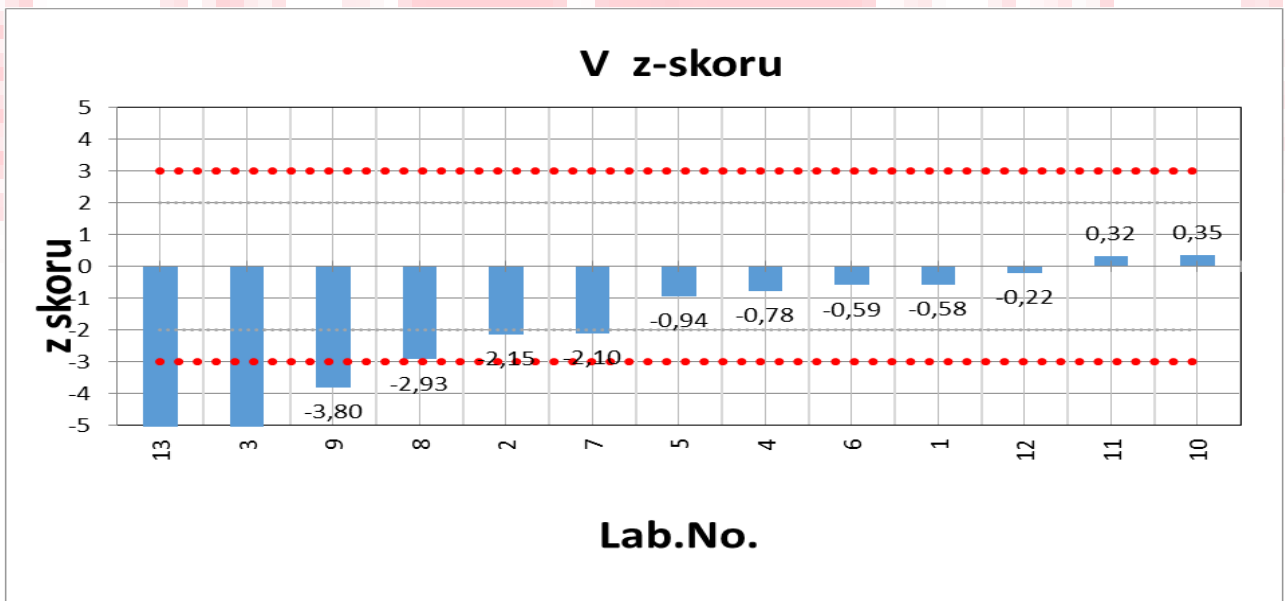
Tablo-13 Pb z skor Grafiği



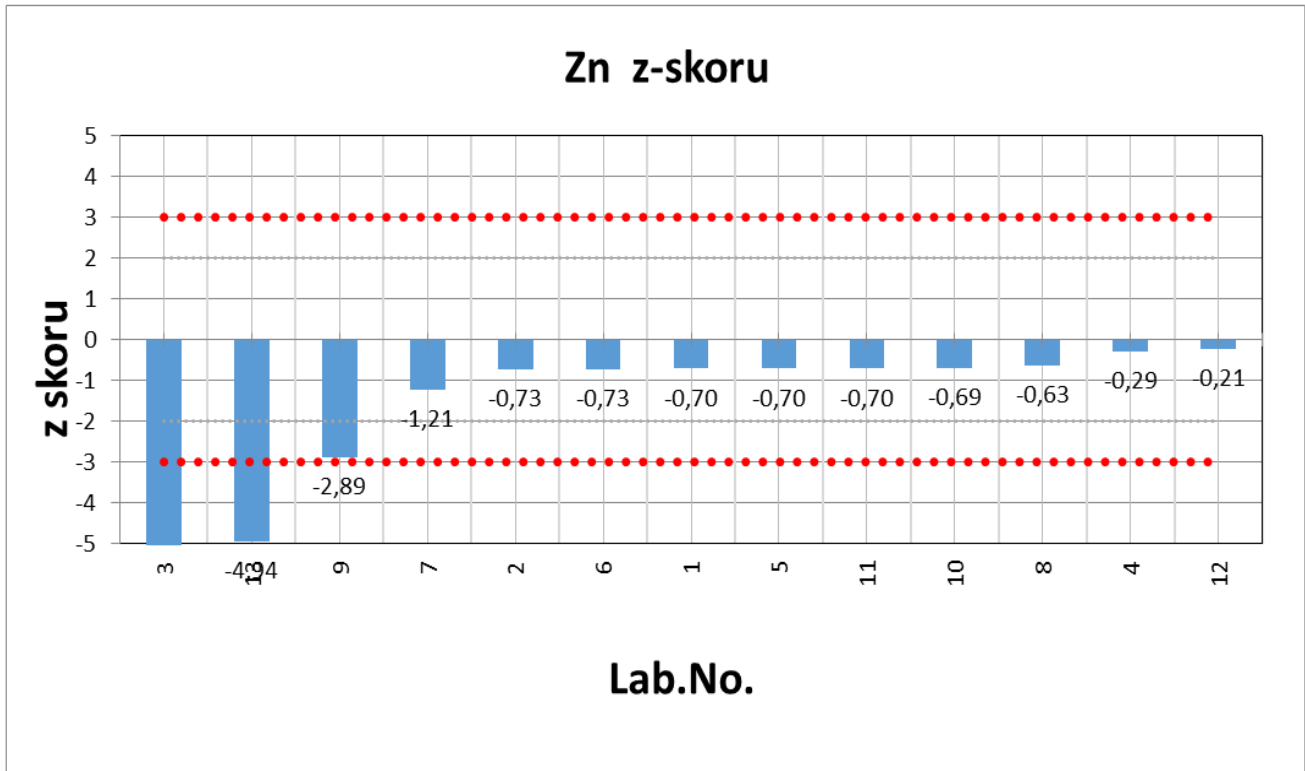
Tablo-14 Sn-z skor Grafiği



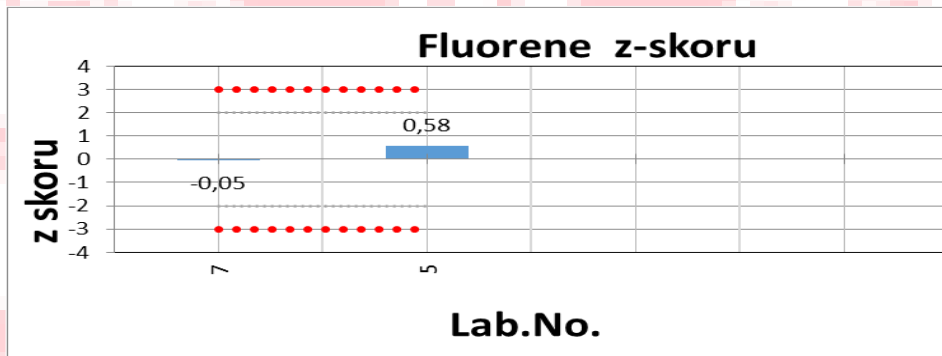
Tablo-15 V- z skor Grafiği



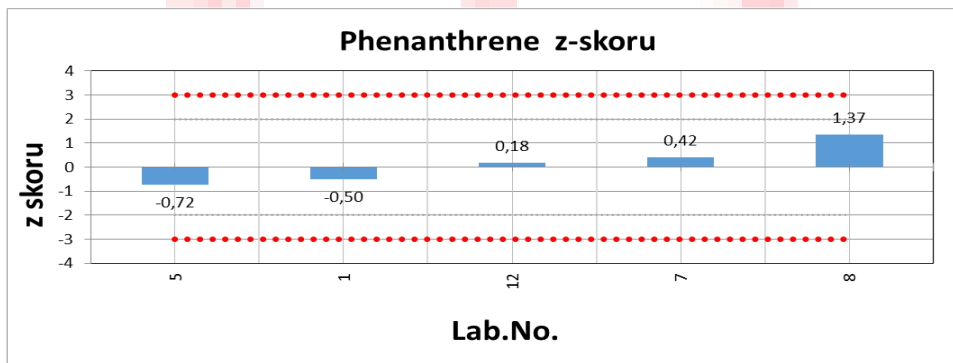
Tablo-16 Zn- z skor Grafiği



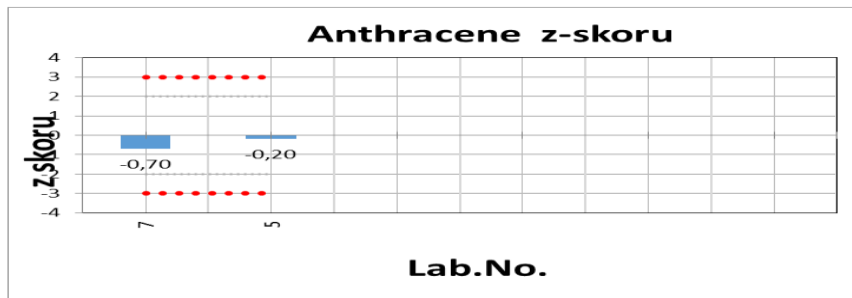
Tablo-17 Fluorene- z skor Grafiği



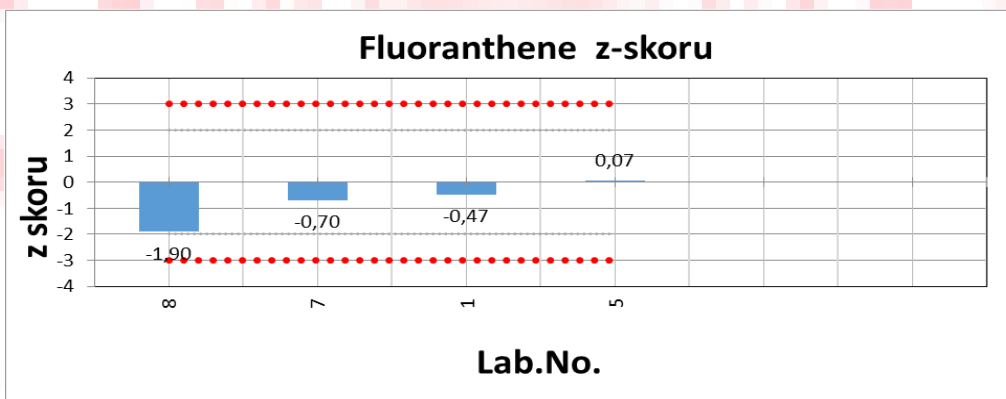
Tablo-18 Phenanthrene- z skor Grafiği



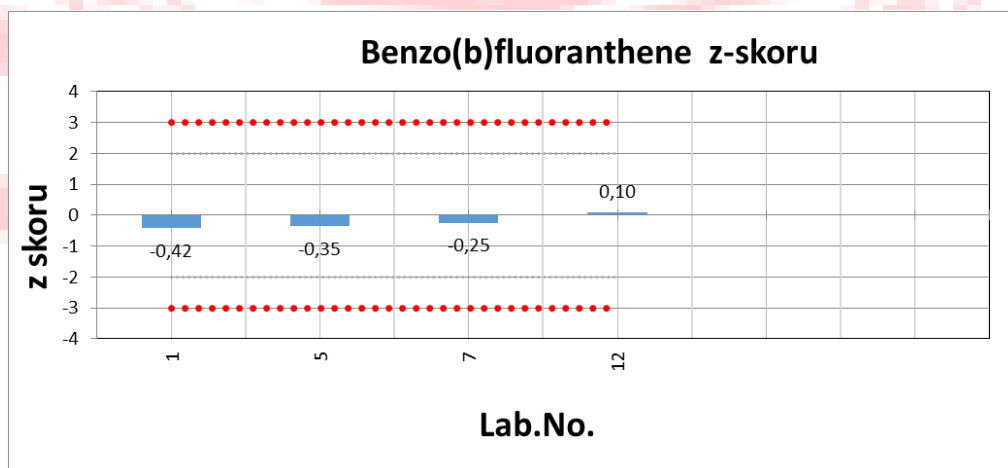
Tablo-19 Anthracene- z skor Grafiği



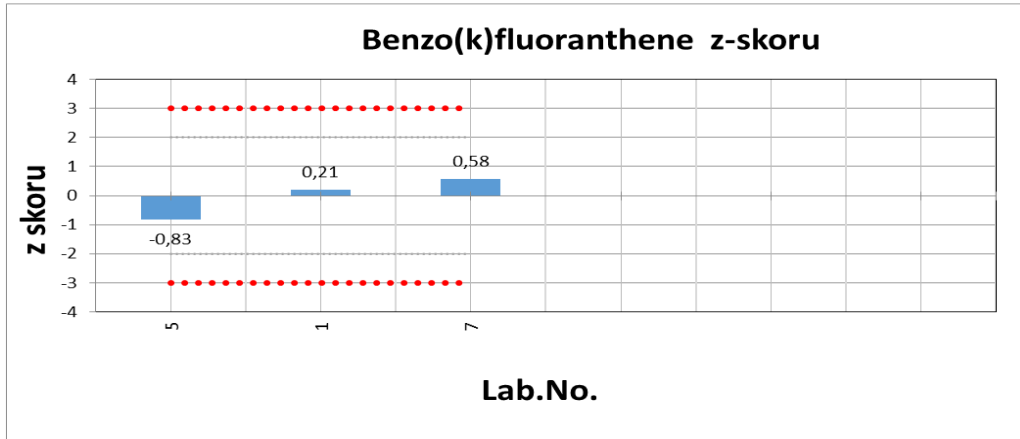
Tablo-20 Fluoranthene- z skor Grafiği



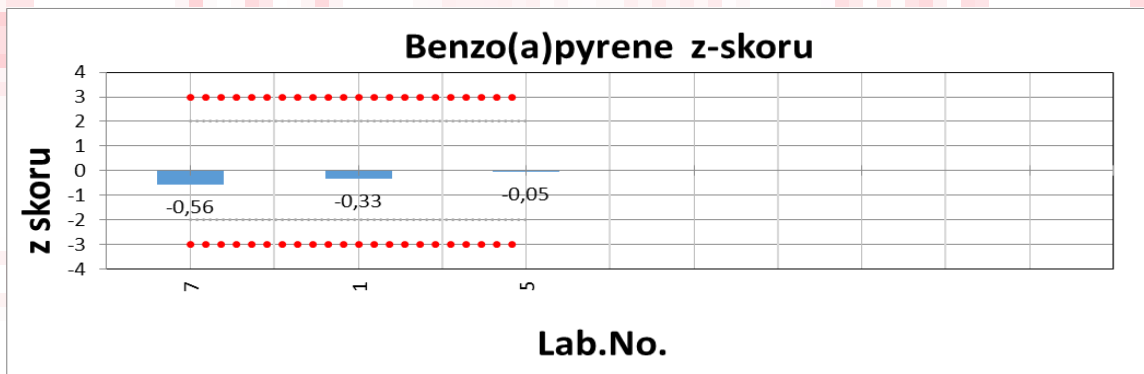
Tablo-21 Benzo(b)fluoranthene- z skor Grafiği



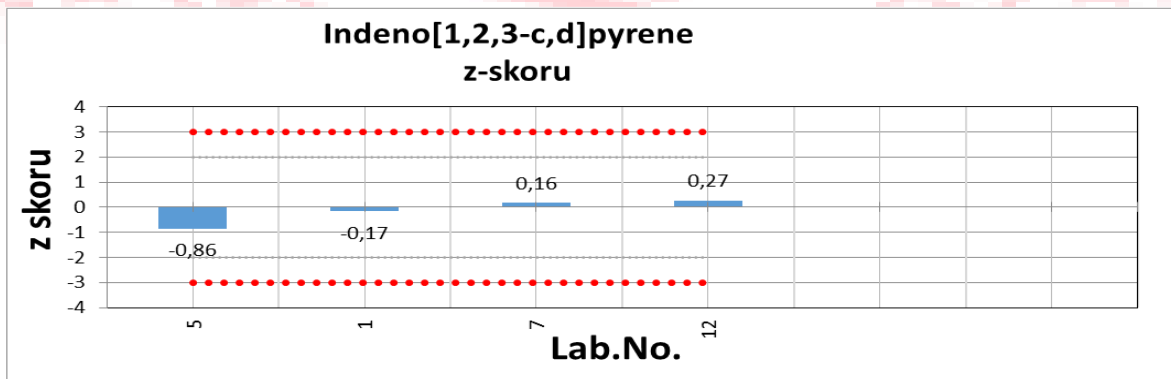
Tablo-22 Benzo(k)fluoranthene- z skor Grafiği



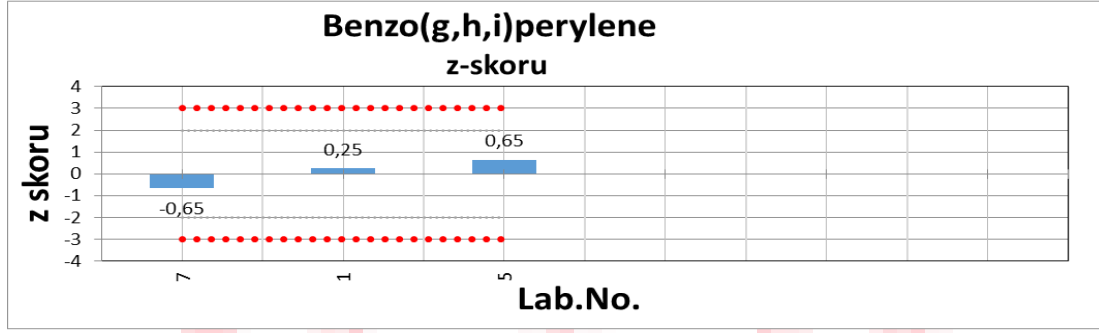
Tablo-23 Benzo(a)pyrene- z skor Grafiği



Tablo-24 Indeno[1,2,3-c,d]pyrene- z skor Grafiği



Tablo-25 Benzo(g,h,i)perylene- z skor Grafiđi



7. YETERLİLİK TESTİ KATILIMCI LİSTESİ

KURUM/KURULUŞ ADI:

ÇINAR ÇEVRE LABORATUVARI
EŞÇEM ENERJİ SİSTEMLERİ VE ÇEVRE ETÜT MERKEZİ SAN. TİC. A. Ş.
DÜZEN NORWEST ÇEVRE GIDA VE VETERİNER SAĞLIK HİZMETLERİ EĞİTİM DAN.
TİC.A.Ş
ALKA İNŞAAT TEKSTİL ELEKTRİK ÇEVRE SAN. VE TİC. LTD. ŞTİ TUZLA ŞB
DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ
BÖLÜMÜ ÖLÇÜM LABORATUVARLARI
NEN MÜHENDİSLİK VE LABORATUVAR HİZ. İNŞ. TİC. LTD. ŞTİ.
YEŞİL BEYAZ KALİTE VE ÇEVRE ANALİZ LABORATUVARI TİC. LTD. ŞTİ
BAREM ÇEVRE LABORATUVAR VE DANIŞMANLIK HİZMETLERİ İLAÇ İNŞAAT SAN. VE
TİC. LTD. ŞTİ.
AND ANALİZ TEST ÖLÇÜM VE LABORATUVAR HİZMETLERİ TİC. A.Ş.
AST LABORATUVAR HİZ. VE DAN. TİC. A.Ş.
MOSTLAB LABORATUVAR HİZMETLERİ A.Ş.
ÇEVRE ENDÜSTRİYEL ANALİZ LABORATUVAR HİZMETLERİ TİC.A.Ş.
DOKAY LABORATUVAR VE MÜHENDİSLİK HİZMETLERİ LTD. ŞTİ.

8. KAYNAKLAR

1. TS EN ISO/IEC 17025 Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliđi İin Genel Şartlar.
2. TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Deđerlendirmesi- Yeterlilik Deneyi iin Genel Şartlar
3. ISO 13528 Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, 2015