

ÇEVRE LABORATUVARLARI DENETİM KILAVUZU



Hazırlayan

Çevre ve Şehircilik Bakanlığı

ÇED, İzin ve Denetim Genel Müdürlüğü

Laboratuvar Ölçüm ve İzleme Dairesi Başkanlığı

ÇRL/KL-01/02.05.2016

Sayfa 1 /41

İÇİNDEKİLER

Uygulama 1: NUMUNE ALMA UYGULAMALARI

Uygulama 2: EMİSYON ve İMİSYON KAPSAMINDA YERİNDE İNCELEMELERDEKİ UYGULAMALAR

Uygulama 3: GRAVİMETRİK ve TİTRİMETRİK ANALİZLER

Uygulama 4: UV-SPEKTROFOTOMETRİK ANALİZLER

Uygulama 5: ICP, ICP MS, AAS CİHAZLARIYLA ANALİZLER

Uygulama 6: GC, GC MS v.b CİHAZLARLA YAPILAN ORGANİK ANALİZLER

Uygulama 7: İYON KROMOTOGRAFI CİHAZIYLA ANALİZLER

Uygulama 8: BALIK BİYODENEYİ (ZSF) ANALİZİ

Uygulama 9: MİKROBİYOLOJİK ANALİZLER

Uygulama 10: KÖMÜR ve SIVI YAKIT ANALİZLERİ

Uygulama 11: NUMUNE KABUL VE RAPORLAMA UYGULAMALARI

NUMUNE ALMA UYGULAMALARI

(Emisyon, İmisyon Örneklemeleri Hariç)

- Personelin numune alma yetkisi kontrol edilir. Laboratuvarın personel yetki listesinde yetkilendirilmiş olup olmadığı sorgulanır.
- Mümkün mertebe bir tesise gidilip, laboratuvarın sahada numune alma faaliyeti incelenir. Zaman ve uygun tesisin bulunamaması durumunda laboratuvar içinde, bu faaliyet izlenir, demo yapılır. Laboratuvardan tüm araç ve gereçlerinin, talimatlarının, tutanaklarının, formlarının hazır olması ve sahada atık tesisindeymiş gibi çalışması istenir.
- Numune alan laboratuvar:
Numune alma planı oluşturur ve uygular. Numune Alma Planında:
Numune alma yeri, tanımı (koordinatlar), numune alma tarihi ve saati, görevli personel, ilgili Yönetmelik tablo nosu, numune alma şekli (anlık, kompozit), analizi yapılacak parametreler, yerinde ölçülen parametreler, numune miktarı, numune kabı cinsi, koruma şekli vb. bilgiler yer alır.
- Numuneye yerinde yapılması gereken ölçümler ve analizler yapılır.(pH, iletkenlik, çözünmüş oksijen vb.) Sektör Tablosunda yer almayan iletkenlik, çözünmüş oksijen parametrelerinin ölçümü bilgi amaçlı olup, tesisten ayrıca bu parametrelerin ölçümü için ücret istenmez. Eksiklik yazılır; ancak ceza puanı işletilmez.
- Laboratuvarın numune alma kapasitesine bağlı olarak, saha ve laboratuvarda kullanılmak üzere en az iki pH metre bulundurulmalıdır.
- Numunenin koruma ve saklama koşullarına göre Laboratuvara iletilmesi sağlanmalıdır. TS EN ISO 5667-3 Su Numunelerinin Muhafaza, Taşıma ve Depolanması İçin Kılavuz ile analiz metodu arasında, numunenin korunması, analiz süresi vb. farklılıkların olması durumunda, metoda uygun çalışılmalıdır.
- Numune alma tutanağı, ilgili mevzuata uygun olarak doldurulur.
- Numune alma sırasında dikkat edilmesi gereken hususlar:
 - ✓ Kompozit numune alma kabı ve diğer numune kaplarının temizliği, saha gidilmeden önce kontrol edilir.
 - ✓ Numune alma cihazıyla numune alınmışsa, öncelikle yağ-gres numunesi ayrılır. Yağ gres numunesi kaybını önlemek gerektiğinden, yağ gres numune kabına alınan atık su numunesi, çalkalanıp dökülmez.
 - ✓ Alınan numunede bakılacak parametreler arasında; serbest klor, sülfür, sülfid, fenol vb. uçucu parametreler varsa, yağ gres numunesinden sonra, bu parametrelerin uygun numune alma kaplarına alınması sağlanır. Numuneler kaba konulmadan önce, koruyucu kimyasallar ilave edilir,

daha sonra numune, numune kabına alınır ve kapak kapatılır. Asit ve baz ile yapılacak koruma işlemlerinde ise numune kaba alındıktan sonra asit/baz ilavesi ile numune, korumaya alınır.

✓ Mikrobiyolojik parametrelerin numunelerinde, numune kabı tamamen doldurulmaz ve kap, %10-%20 boş kalacak şekilde bırakılır.

✓ BOİ analizinde, 24 saat içinde analize alınacaksa, bakterinin oksijen tüketimini engellemek için, numune kabı tamamen doldurulur. Eğer hemen analiz edilmeyecekse de numunen -18 °C de dondurulması gerektiğinden, numune kabı tamamen doldurulmaz ve boşluk bırakılır.

✓ Diğer parametrelerde uygun asit veya baz ile koruma altına alınır.

✓ pH probu okuma aralığı 1-14 arasında olmalıdır.(Bazı laboratuvarlarda 4-10 arasında ölçüm yapan prop bulunmaktadır.)

✓ Laboratuvarlar, çoklu kompozit numune alma cihazıyla numune almaya da yönlendirilir. 3 yıl içinde, numunenin, çoklu kompozit numune alma cihazıyla, alınması sağlanır.

➤ Laboratuvarın analizlerde işbirliği yapması durumunda: Laboratuvar, numunenin işbirliği yapılan laboratuvara uygun zaman ve saklama koşullarında (miktarı, koruma koşulu) gönderilmesinden sorumludur. Laboratuvarın işbirliği laboratuvarına numune gönderimi işlemlerini anlatan talimatı olmalıdır.

➤ Sahada bakılması gereken pH, iletkenlik, çözülmüş oksijen cihazlarının doğrulamaları sahada yapılır. Doğrulamalar ilgili forma kaydedilmelidir. Formda tolerans aralık ve cihaz kodu yer almalıdır.

➤ İç izleme numuneleri haricindeki tüm numuneler, mühürlenmiş olmalıdır.

➤ İç izleme numunelerinin analiz süresi en fazla 6 iş günü olmalıdır. Sektör tablosunda, BOİ parametresinin olmaması durumunda, bu süre daha da kısa tutulur. Bu numunelerin analiz sonuçlarının, sektör tablosundaki sınır değerleri sağlamaması durumunda, analiz sonuçlarının raporlanarak tesisin bağlı bulunduğu ilin Çevre ve Şehircilik İl Müdürlüğüne iletilmiş olması gerekir.

(İç İzleme sürecinde: iç izleme numunesinin analiz sonucunun sektör tablosundaki sınır değerleri karşılamaması halinde, **Laboratuvar**, bu sonucu İl Müdürlüğüne bildirir ve iç izlemesini yaptığı tesisten ilk numunenin alımını takip eden 10 iş günü içerisinde 2 adet daha numune olarak analizler. Bu üç numunenin analiz sonuçlarının aritmetik ortalaması değerini de, tesisin bağlı bulunduğu ilin Çevre ve Şehircilik İl Müdürlüğüne bildirir. İl Müdürlüğü, bu analiz sonucuna göre tesise idari yaptırım uygulanıp uygulanmayacağına karar vereceğinden, tesisin iç izleme sürecindeki bu işlemler takip edilmelidir.)

➤ Toprak, çamur vb. numunelerin “dörtleme metodu”yla azaltılması izlenir.

➤ Toprak, atık yağ numune alma cihazları kontrol edilir.

(Yağ numunelerinde: pipet, şırınga, kompozit numune alma cihazı. Toprak numunelerinde: kova, kürek, burgu vb)

Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.

Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.

Planlı veya ani denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanı verilir.

EMİSYON & İMİSYON KAPSAMINDA YERİNDE İNCELEMELEDEKİ UYGULAMALAR

- Personelin yetki listesi istenir ve analizlerde görevli personelin listede yetkilendirilmiş olup olmadığı sorgulanır. Ölçüm personelinin gerekli eğitimleri alıp almadığı ve ilgili sertifikalarına bakılır.
- Laboratuvarlar arası işbirliği varsa işbirliği sözleşmesi incelenir.
(Laboratuvarımızın web sitesinin 14.04.2014 tarihi “Duyurusu”: Laboratuvar, en fazla beş Laboratuvarla laboratuvarlar arası işbirliği yapabilir; Laboratuvarın bir kapsamda işbirliği yapacağı toplam metot sayısı, o kapsamdaki kendi yetkilendirildiği toplam metot sayısından fazla olmamalıdır.)
- Personel iş güvenliği malzemeleri kontrol edilir.
- Ölçüm öncesi sahanın uygunluğu konusunda yapılan fizibilite çalışması kayıtları (baca boyu, delik sayısı vb.) incelenir.
- Cihaz ve Ekipmanlar için aşağıdaki kontroller yapılır.
 - ✓ Cihaz ve Ekipman Listesi,
 - ✓ Çalışır durumda ve yeterli sayıda olması,
 - ✓ Laboratuvarın kapsamındaki metotlara uygunluğu ve metotlarda belirtilen ekipmanların olup olmadığı (impengerlar, ısıtmalı prob v.b.),
 - ✓ Kalibrasyon planına uygun olarak cihazların kalibrasyonlarının yaptırılıp yaptırılmadığı, kalibrasyon sertifikaları,
 - ✓ Isıtmalı prob ve filtre tutuculardaki ısıtma sisteminin çalışıp çalışmadığı,
- Cihaz kullanım talimatı, analiz talimatı istenir. Talimatlar, ölçüm ve analizi içerecek şekilde hazırlanmış olmalıdır Talimatın metodun çevirisi şeklinde değil, uygulamayı yansıtacak şekilde olması gerekir. Talimatlarda geri kazanımlar, şahit numune alımı, hesaplamalar v.b. kısımları yer almalıdır.
- Tartım odası kontrol edilir.
 - ✓ Tartım odası, metotlarda belirtilen nem ve sıcaklık koşullarını sağlamalıdır.
 - ✓ Tartım odasının sıcaklık ve nem değerleri datalogger ile düzenli aralıklarla ölçülmeli ve kaydedilmelidir.
 - ✓ Filtre tartımları kayıt altına alınmalıdır.
 - ✓ Tartım formları kayıtlarında ilk ve son tartımların sıcaklık ve nem değeri metotta belirtilen aralıklarda olmalıdır. Bu değerlerin kontrolü tartım formları ve datalogger karşılaştırması ile yapılır.
- Terazi, etüv ve kül fırının doğrulamaları yapılmalı ve kayıt altına alınmalıdır.
(Filtre Şartlandırma: 105°C ve 160°C.
Dioksin ve furan örnekleme malzemesi şartlandırma: 450 °C ‘de)
- Planlı denetim ya da yerinde incelemelerde saha çalışması yapılmayacak ise laboratuvar ortamında örnekleme sisteminin kurulması ve çalıştırılması istenir, kaçak testi yaptırılır, ölçüm personelinin cihaz ve metotlara hâkimiyeti, bilgisi sınanır.
- Planlı denetim ya da yerinde incelemelerde saha çalışması yapılmayacak ise laboratuvar ortamında gaz analizörünün kurulması istenir, referans gazlarla doğrulması yaptırılır, ölçüm personelinin cihaz ve metotlara hâkimiyeti, bilgisi sınanır.

- Saha çalışması yapılacaksa, denetçinin belirlediği örnekleme ve ölçümler sahada yaptırılır.
- Ölçüm personelinin ölçüm kayıtlarını, düzgün tutup tutmadığı kontrol edilir.
- Örnekleme ve geri kazanımlarda kullanılan kimyasallar, katı ya da sıvı absorbanlar, filtreler v.b. malzemelerin; çözeltilerin metotların belirttiği şekilde hazırlandığının kontrolü yapılır.
- Nem ölçümleri, nem probu ile yapıyorsa, metot geçerli kılma çalışmaları, referans standart metotlara göre yapılmış olmalıdır. Nem hesaplamaları kontrol edilir.
- Laboratuvarında saf su cihazı bulunmalıdır. Analizlerde kullanılan saf su, metotlara uygun olmalıdır.(Tip-2 saf suda iletkenlik < 100 µS).
- Örnekleme sonrası numuneler metotlara uygun koşullarda saklanmalı ve Laboratuvara iletilmelidir. Bunu için saha ekibinin aracında, gerekli buzdolabı v.b. soğutma sistemleri bulunmalıdır. (Örn: PAH örnekleme için Metoduna göre -7 °C ' ye kadara inen uygun soğutucu bulundurulmalıdır. Taşıma ve saklama sürecinde bu sıcaklık kontrolü yapılmalı, kaydedilmelidir.)
- Baca gazı analiz cihazlarının doğrulamasında referans gazlar kullanılmalıdır.
- Saha formları kontrol edilir.
- Örnekleme sonrası yapılan numunenin ilgili GC, AAS, ICP, IC, Spektrofotometre v.b cihazlarda yapılan analizleri, ilgili cihazın aşağıda belirtilen **Analiz Uygulama Formundaki** uygulamalarına göre değerlendirilir.
- Laboratuvarların kapsamında bulunan tüm işletme içi metotların, geçerli metotlarla karşılaştırma ve doğrulama testlerinin yapıp yapılmadığı kontrol edilir.
- Denetçi, herhangi bir derişimde çalışma isteyebilir. Ön işlemler de içecek şekilde yapılan bu çalışmanın geri kazanımı kontrol edilir.
- Yeterlilik Testleri (YT) ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma (LAK) testleri kontrol edilir.
- Denetçinin belirlediği emisyon raporları, 11-Numune Kabul Ve Raporlama Uygulamaları formunda belirtilen uygulamalara göre değerlendirilir.

EMİSYON & İMİSYON KAPSAMINDA ANİ DENETİMDEKİ UYGULAMALAR

- Laboratuvar, Emisyon Ölçüm Paneline girdiği ölçüm tarihinde ve saatinde, belirttiği personel ile ölçüm yerinde bulunmalıdır. Panelde belirtilen personelin dışında başka personel de varsa, bu personelin eğitimi, yetkinliği, bilgisi sorgulanır.
- Ölçüm ve örnekleme yapılacak parametrelerin metotları, ilgili formları ve talimatları personelin yanında bulunmalıdır.
- Laboratuvarın Emisyon Ölçüm Paneline girdiği seri numaralı cihazlar ile ölçüm yapar.
- Ölçüm ve örnekleme yapılacak parametrenin metoduna uygun malzemeler (impenger setleri, ısıtmalı prob, v.b.), katı veya sıvı absorbanlar; geri kazanım için gerekli yıkama çözeltileri bulundurulur.

- Örneklemeden önce hız taramasının yapıp yapılmadığı, en düşük hız-en yüksek hız oranının 1/3 oranından küçük olacak şartının ve fark basıncının her travez noktasında 5 pa'dan büyük olması şartının sağlanıp sağlanmadığı kontrol edilir.
- Yanma gazı ölçümü öncesi, referans gaz tüpleri ile doğrulamalar yapılmalıdır.
- Örnekleme öncesi kaçak testi yapılmalıdır.
- Emisyon ölçümü yapılacak işletmede baca ölçüme hazır değilse (ölçüm düzlemi ve ölçüm noktaları v.b.) ölçümler iptal edilerek, tutanakla kayıt altına alınır.

**Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.
Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.
Planlı Veya Ani Denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanları verilir.**

Analiz Uygulamaları:

Uygulama 3-GRAVİMETRİK ve TİTRİMETRİK ANALİZLER

Uygulama 4-SPEKTROMETRİK ANALİZLER

Uygulama 5- ICP, ICP MS, AAS CİHAZLARIYLA ANALİZLER

Uygulama 6- GAZ KROMOTOGRAFI CİHAZIYLA ANALİZLER

Uygulama 7- İYON KROMOTOGRAFI CİHAZIYLA ANALİZLER

Uygulama 11-NUMUNE KABUL VE RAPORLAMA UYGULAMALARI

GRAVİMETRİK ve TİTRİMETRİK ANALİZLER

- Personelin analizlerdeki yetki listesi istenir ve analizlerde görevli personelin listede yetkilendirilmiş olup olmadığı sorgulanır.
Bu cihazda çalışan personelin eğitimine bakılır. Eğitim diğer laboratuvar çalışanları tarafından verilmiş ise, eğitim prosedüründeki uygulama kontrol edilir. Eğitim sırasında yapılan analizlere ait ham veri kayıtları incelenir.
Eğer eğitim, cihazın distribütör firması tarafından verilmiş ise, firma tarafından verilmiş olan eğitim belgesi incelenir. Laboratuvardan ayrıca bu konuda iç eğitim talep edilmez; ancak personelin, tüm metot doğrulama/ geçerli kılma (verifikasyon/ validasyon) çalışmaları ile kalite kontrol çalışmalarına katılmış olması gerekir.
- Laboratuvarın uygun sıcaklık değeri 22 ± 5 °C dir. Ortam sıcaklığı takip edilebilir.
- Distilasyon, asitle özütleme v.b ön işlem analizleri çeker ocak içinde yapılır. Çeker ocak, havalandırma, klima uygun çekişte olmalıdır.
- Cihaz kullanım talimatı, analiz talimatı incelenir. Analiz talimatları, yapılan analizi yapılan, parametre ve kapsama uygun olup olmadığı kontrol edilir. Talimatın metodun çevirisi şeklinde değil, uygulamayı yansıtabilecek şekilde olması gerekir.
- Metot doğrulama/ geçerli kılma raporları incelenir. Tüm kapsam ve parametrede, metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmalarının olup olmadığı kontrol edilir. Tüm metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmaları, kalite kontrol grafikleri ve ölçüm belirsizliği kayıtları, analiz ham verileri kontrol edilir. Bu uygulamanın ne şekilde yürütüleceği, ilgili dokümanda (Prosedür/ Talimat) tanımlı olmalıdır. İlgili doküman kontrol edilir.
- Belirtilen plana uygun olarak cihazların kalibrasyon testinin yaptırılıp yaptırılmadığı kontrol edilir. Kalite kontrol çalışmaları uygunsa, cihaz kalibrasyonunun 2 yılda bir yaptırılması uygun olabilir.
- Cam malzemelerin, otomatik buretlerin, otomatik pipetlerin, dispenserlerin ölçüm belirsizliklerine etkisi küçük olduğundan, bu malzemelerin laboratuvar içi doğrulamaları istenmez.
- Laboratuvarda oluşan tüm atıklar, risk grupları ve saklama koşullarına göre (sızdırmaz zemin uygun saklama bidonu vb.) uygun geçici depolama alanında saklanır ve Mevzuata uygun olarak lisanslı firmalara verilir.
- Kimyasal Oksijen İhtiyacı (KOİ) analizinde kullanılan cıva bileşikleri, alıcı ortama deşarj edilmeyip uygun kapta toplanır, Mevzuata uygun olarak lisanslı firmalara verilir.

METOT DOĞRULAMA (verifikasyon) RAPORLARI (Standart bir metodu doğrulama)

Yapılması Gereken Çalışmalar:

LOD,LOQ(Limit Of Dedection/ Limit Of Quantification- Tayin Limiti/ Ölçüm Limiti)

Tekrarlanabilirlik

Tekrarüretilebilirlik

Geri kazanım

Seçicilik (kapsamda, numune ile çalışma)

Çalışma aralığı

METOT GEÇERLİ KILMA (validasyon) RAPORLARI (İşletme içi metotları geçerli kılma)

Yapılması Gereken Çalışmalar:

LOD, LOQ

Çalışma aralığı

Tekrarlanabilirlik

Tekrarüretilebilirlik

Geri kazanım

Seçicilik (Kapsamda numune ile çalışma)

Sağlamlık (Yeterlilik Testlerine Katılım ve başarılı sonuç alma)

METOT DOĞRULAMA/ METOT GEÇERLİ KILMARAPORLARININ İÇERİĞİ

- Kalite sisteminin tanımlı bir dokümanı olmalıdır.
 - Analiz tarihlerini, metot bilgisini (son basım olmalıdır) ve çalışmaya katılan personel adlarını içermelidir.
 - Teorik bilgileri ve yapılan çalışmanın ne olduğu ile ilgili kısa açıklamaları içermelidir.
 - Analizler hakkında ilgili talimatlara atıfta bulunmalıdır.
 - Analiz talimatları ön işlemleri de içerecek şekilde yazılmalıdır.
 - Personelin analiz verilerindeki uyumu ile ilgili değerlendirmeler, istatistiksel hesaplama dayandırılmalıdır. (F testi (iki personelin standart sapmalarının karşılaştırılması), t testi (analiz personelinin sonucunun referans madde/ortalama değer ile değerlendirilmesi), anova (ikiden fazla personelin sonuçlarının değerlendirilmesi vb.)
 - LOD, LOQ: İşletme içi metotlarda, blank veya çalışılan düşük derimle hesaplanan LOQ değeri, raporlama değeri olarak verilecekse, teyit edilmelidir. Laboratuvar, ölçüm limiti çalışmasını, standart metodun LOQ değerinde yada Yönetmeliklerdeki alt limite uygun bir değerde yapmalıdır. En düşük raporlama değeri, teyit edilen LOQ değeridir. Analizde yetkili tüm personel, bu çalışmayı yapmalıdır.
 - Çalışma aralığı belirtilmelidir. (Laboratuvar tarafından belirlenen raporlanabilecek en düşük değer ile çalışabilecek en yüksek değeri ifade eder.)
- Tekrarlanabilirlik/ Tekrar üretilirlik çalışmaları yapılmalıdır. Yetkili olan her personel, en az 7 tekrarlı orta ve yüksek noktalarda çalışma yapılmalıdır.
- Seçicilik/ Geri kazanım: Kapsam çalışması yapılmalıdır. Su /Atıksu, deniz suyu kapsamındaki analizlerde, geri kazanım çalışmaları gerçek numunede spike (zenginleştirme) ile yapılır. Bu çalışma teorik değer, tespit edilen değer ve % geri kazanım olarak gösterilir.
 - Metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmalarında kullanılan Referans Madde ile Kalite Kontrol çalışmalarında kullanılan Referans Madde aynı olabilir.
 - Kendi iç izlemesini yapan laboratuvar, iç izlemesini yaptığı tesisindeki parametrenin ilgili Mevzuattaki tablo sınır değerine göre, tek bir derişimde, tekrarlanabilirlik/ tekrar üretilirlik, kalite kontrol çalışmalarını yapabilir.

ANALİZ ÖNCESİ VE ANALİZ ANINDA

- Deniz suyu kapsamında **KOİ** analizinde, klorür giderimi ön işlemi uygulanmalıdır.
- Toprakta **yağ gres** analizinde toprak üzerine spike (zenginleştirme) yapılarak metot doğrulama/ geçerli kılma çalışması yapılır.
- **BOİ analizinde;**
 - ✓ Analiz süresi en az 5 gün olmalıdır.
 - ✓ İnkübasyon süresince karanlık ortam sağlanır.
 - ✓ 20 ± 1 °C sıcaklığında gerçekleşen analiz süresince, inkübatörün sıcaklık değeri, data loger ile kayıt altına alınır.
 - ✓ İnkübatörün sıcaklık doğrulaması, en az ayda bir kez, kayıt altına alınır.
 - ✓ BOİ şişelerinin metoda uygun olup olmadığı kontrol edilir.
 - ✓ Atık suyun tahmini BOİ değerine göre seyreltme oranı seçilir. Her örnek için beklenen BOİ değerinin karşısındaki seyreltme, tablonun bir üst ve altında olmak üzere en az 2 seyreltme yapılır.
 - ✓ Analiz edilecek suyun özelliği dikkate alınarak aşı yapıp yapılmadığı kontrol edilir.
 - ✓ (Aritılmamış endüstriyel atıksular, dezenfeksiyon yapılmış sular vb. da aşı uygulaması yapılır.)
 - ✓ Respirometrik Metot ile analiz yapılıyorsa her bir oksitobun doğrulamasının yapıldığı kontrol edilir.(En fazla 3 ayda bir yapılır.)
 - ✓ Glutamik asit, glukoz ile yapılan kalite kontrol çalışmasında da “aşı” kullanılmalıdır.
 - ✓ Hesaplamalar kontrol edilir.

KALİTE KONTROL ÇALIŞMALARI

- Kalite kontrol grafikleri, o parametrede çalışan personelin en az 14 verisiyle çizilir.
- Kalite kontrol değeri, ilgili Yönetmelik sınır değerleri baz alınarak belirlenir.
- İç Kalite kontrol çalışmaları en az onbeş günde bir yapılır ve Kalite Kontrol Grafiğine işlenir. Çok seyrek gelen parametrenin analizleri için kalite kontrol sıklığı Laboratuvarca tanımlanır ve uygulanır. Bu süre 3 ayı aşmamalıdır.
- Kalite kontrol grafikleri yıllık olarak oluşturulur. Yeni yılın grafiği bir önceki yıla ait verilerden oluşturulacağı gibi yeniden yapılan çalışmayla da hazırlanabilir.
- Laboratuvar sorumlusu veya kalite yöneticisi değil, analiz personeli, yaptığı kalite kontrol çalışmasının verisini, kalite kontrol grafiğine işlemelidir ve grafiğinin yorumlanması hakkında bilgili olmalıdır.
- Laboratuvarın kalite kontrol çalışmalarında kullandığı kimyasallarının kullanım miktarlarına bakılır, yapılan analize göre kullanılan kimyasal tüketimi birbiri ile örtüşmelidir. Burada laboratuvara alınan kimyasalların fatura kontrolü yapılarak kullanım miktarlarına ulaşılır.
- Kullanım tarihi geçmiş kimyasalların, SRM/RM lerin kullanılması durumunda, yeni tarihli kimyasallarla yapılan karşılaştırma ve kalite kontrol çalışmalarında, sonuçların uygunluğu kontrol edilir, kayıt altına alınır. Kullanım tarihi geçmiş bu malzemelerin, aylık yapılan kontrollerinin uygun olması halinde, kullanımına devam edilir.

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ ÇALIŞMALARI

Ölçüm Belirsizliği Raporu Kalite Sisteminde tanımlı bir doküman olmalıdır ve aşağıda yer alan bilgileri içerir.

- Analiz tarihleri, metot bilgisi ve çalışmaya katılan personel bilgisi,
- Sonuca etkisi olan belirsizlik kaynaklarını
 - ✓ Cam malzeme (pipet, balon joje, mezür, otomatik pipet, vb) belirsizliği,
 - ✓ Tartımdan gelen belirsizlik,
 - ✓ Tekrarlanabilirlik, Tekrar üretilebilirlik belirsizliği,
 - ✓ Kullanılan RM/SRM'in Geri Kazanım Belirsizliği

Bu kaynaklardan gelen belirsizlikler kontrol edilir. Belirsizliklerden toplam belirsizliğe en çok etki eden belirsizlik nedir kontrol edilir. En önemli belirsizlik kaynağı Tekrarlanabilirlik, Tekrar üretilebilirlik verilerinden gelir.

Toplam Belirsizliğe etkisi küçük/az olan belirsizlikler (örn: cam malzeme belirsizliği, teraziden, etalondan gelen belirsizlik) sonucu etkilemeyeceğinden, ihmal edilebilir; ancak Laboratuvarın ihmal ettiği bu belirsizlikleri bir dokümanında göstermeli, kayıt altına almalıdır.

- Hesaplanan belirsizlik genişletilmiş ve relatif belirsizlik olarak gösterilmeli ve Belirsizlik değerinin Analiz Raporlarında nasıl ifade edileceği de tanımlanmalıdır.

Laboratuvarın, analiz sonucunu relatif belirsizlik olarak vermesi daha uygundur.

Örnek:

$$\text{SONUÇ} = X \pm \text{GB} \text{ ya da} \\ = X \pm X * \text{RB}$$

Örn: $0,5 \pm 0,012$ yada $0,5 \pm 0,5 * 2,43/100$ gibi

Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.

Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.

Planlı Veya Ani Denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanları verilir.

UV SPEKTROFOTOMETRİK ANALİZLER (Su, Atık Su, Deniz Suyu, Emisyon vb. Kapsamlarında)

- Personelin analizlerdeki yetki listesi istenir ve analizlerde görevli personelin listede yetkilendirilmiş olup olmadığı sorgulanır.
Bu cihazda çalışan personelin eğitimine bakılır. Eğitim diğer laboratuvar çalışanları tarafından verilmiş ise, eğitim prosedüründeki uygulama kontrol edilir. Eğitim sırasında yapılan analizlere ait ham veri kayıtları incelenir.
Eğer eğitim, cihazın distribütör firması tarafından verilmiş ise, firma tarafından verilmiş olan eğitim belgesi incelenir. Laboratuvardan ayrıca bu konuda iç eğitim talep edilmez; ancak personelin, tüm metot doğrulama/ geçerli kılma (verifikasyon/ validasyon) çalışmaları ile kalite kontrol çalışmalarına katılmış olması gerekir.
- UV Cihazı, ortam şartlarının uygunluğu kontrol edilir. Uygun sıcaklık değeri $23\pm 3^{\circ}\text{C}$ dir. Cihaz klimalardan doğrudan etkilenmeyecek ortamda olmalıdır. Kalibrasyon eğrisiyle, kalite kontrol çalışması ve analizlerin yapıldığı ortam sıcaklığının aynı olması sağlanmalıdır. Ortam sıcaklığı dataloger ile olabildiği gibi termometreyle de takip edilebilir.
Özellikle Florür analizinde standartlarla numunenin aynı sıcaklıkta olması sağlanır. (belirlenen ortam sıcaklığı tolerans değeri en fazla 2°C dir)
- Ön İşlemler cihazdan farklı ortamda yapılır. Ön işlemlerin yapıldığı ortamda havalandırma, klima, çeker ocak bulunmalıdır. Ön işlem ortam sıcaklık değeri $23\pm 3^{\circ}\text{C}$ dir.
- Cihaz kullanım talimatı, analiz talimatı incelenir. Analiz talimatları, UV cihazında yapılan analizlerde, parametre ve kapsama uygun olup olmadığı kontrol edilir. Talimatın metodun çevirisi şeklinde değil, uygulamayı yansıtacak şekilde olması gerekir.
- Metot doğrulama/ geçerli kılma raporları incelenir. Tüm kapsam ve parametrede, metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmalarının olup olmadığı tek tek kontrol edilir. Tüm metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmaları, kalite kontrol grafikleri ve ölçüm belirsizliği hesaplarının bulunduğu elektronik ortam kayıtları, analiz ham verileri/ cihaz çıktılarının kontrolü yapılır. Bu uygulamanın ne şekilde yürütüleceği, ilgili dokümanda (Prosedür/ Talimat) tanımlı olmalıdır. İlgili doküman kontrol edilir.
- UV Cihazı, belirtilen plana uygun olarak performans testinin yaptırılıp yaptırılmadığı kontrol edilir. Kalite kontrol çalışmaları uygunsa, cihaz performansının 2 yılda bir yapılması uygun olabilir.

METOT DOĞRULAMA (verifikasyon) RAPORLARI (Standart bir metodu doğrulama)

Yapılması Gereken Çalışmalar:

LOD, LOQ(Limit Of Dedection/ Limit Of Quantifcation- Tayin Limiti/ Ölçüm Limiti)

Tekrarlanabilirlik

Tekrarüretilebilirlik

Geri kazanım

Seçicilik (kapsamda, numune ile çalışma)

Çalışma aralığı

METOT GEÇERLİ KILMA (validasyon) RAPORLARI (İşletme içi metotları geçerli kılma)

Yapılması gereken çalışmalar:

LOD, LOQ

Çalışma aralığı

Tekrarlanabilirlik
Tekrar üretilebilirlik
Geri kazanım
Seçicilik (Kapsamda numune ile çalışma)
Sağlamlık (Yeterlilik Testlerine Katılım ve başarılı sonuç alma)

METOT DOĞRULAMA / METOT GEÇERLİ KILMA RAPORLARININ İÇERİĞİ

- Kalite sisteminin tanımlı bir dokümanı olmalıdır.
- Analiz tarihlerini, metot bilgisini (son basım olmalıdır) ve çalışmaya katılan personel adlarını içermelidir.
- Teorik bilgileri ve yapılan çalışmanın ne olduğu ile ilgili kısa açıklamaları içermelidir.
- Analizler hakkında ilgili talimatlara atıfta bulunmalıdır.
- Personelin analiz verilerindeki uyumu ile ilgili değerlendirmeler, istatistiksel hesaplama dayandırılmalıdır. (F testi (iki personelin standart sapmalarının karşılaştırılması), t testi (analiz personelinin sonucunun Referans madde/Ortalama değer ile değerlendirilmesi), anova (ikiden fazla personelin sonuçlarının değerlendirilmesi vb.)
- LOD, LOQ: İşletme içi metotlarda, blank veya sinyal/gürültü ile hesaplanan LOQ değeri, raporlama değeri olarak verilecekse, teyit edilmelidir. Laboratuvar, ölçüm limiti çalışmasını, standart metodun LOQ değerinde yada Yönetmeliklerdeki alt limite uygun bir değerde yapmalıdır. En düşük raporlama değeri, teyit edilen LOQ değeridir. Yetkili personelden birisinin bu çalışmayı yapması yeterlidir.
- Çalışma aralığı belirtilmelidir. (Laboratuvar tarafından belirlenen raporlanabilecek en düşük değer ile çalışabilecek en yüksek değeri ifade eder.)
- Tekrarlanabilirlik/ Tekrar üretilebilirlik çalışmaları yapılmalıdır. Yetkili olan her personel, en az 7 tekrarlı orta ve yüksek noktalarda çalışma yapılmalıdır.
- Seçicilik/ Geri kazanım: Kapsam çalışması yapılmalıdır. Su /Atıksu, deniz suyu kapsamındaki analizlerde, geri kazanım çalışmaları gerçek numunede spike (zenginleştirme) ile yapılır. Bu çalışma teorik değer, tespit edilen değer ve % geri kazanım olarak gösterilir.
- Deniz suyu kapsamında, kalibrasyon eğrisi, sentetik deniz suyu/ deniz suyu ile oluşturulur. Deniz suyu ile seyreltme yapmadan çalışılır.
- Kalibrasyon eğrisi en az 5 noktada ve eğim (r / koralasyon katsayısı) en az 0,98 olmalıdır.
- Kalibrasyon eğrisinde kullanılan madde ile kalibrasyon eğrisi kontrol çalışmalarında kullanılan madde farklı olmalıdır. Yani Laboratuvar SRM veya RM ile metot doğrulama yapabilir, ama kalibrasyon eğrisi kontrol çalışmalarında SRM farklı marka veya aynı markanın farklı LOT numarasından olmalıdır.
- Emisyon kapsamındaki iyon parametrelerinin analizinde, kalibrasyon eğrisi oluşturulurken, standart çözeltiler örnekleme alınacağı çözeltilerle hazırlanır..
- Kalibrasyonun özellikle yönetmeliklerin ihtiyacını karşılayan aralıklarda çizdirilmiş olması beklenir.

➤ Kendi iç izlemesini yapan laboratuvar, iç izlemesini yaptığı tesisindeki parametrenin ilgili Mevzuattaki tablo sınır değerine göre, tek bir derişimde, tekrarlanabilirlik/ tekrar üretilebilirlik, kalite kontrol çalışmalarını yapabilir.

ANALİZ ÖNCESİ VE ANALİZ ANINDA

- Cihazın kalibrasyon eğrisi, kalite kontrol çalışmalarının uygun bulunması halinde en az altı ayda bir yenilenir.
- Çalışılan parametre ve kapsama uygun, ön işlem yapılır.
- Laboratuvarda birden fazla UV cihazı varsa her iki cihazda da validasyon/verifikasyon çalışması yapılmalıdır.
- Distilasyon düzeneği Siyanür parametresi için ayrı olmalıdır.
- Kirlilik sebebiyle analiz sonucunun etkilenme olasılığı olan parametrelerde cam malzeme, cellv.b sarf malzemeler ayrı tutulur.
- Numune cihazda okutulmadan önce, blank ile sıfırlama (zero base) yapılır. Blank oluşturulurken saf suya, numuneye konulan reaktifler de eklenir.

KALİTE KONTROL ÇALIŞMALARI

- Kalite kontrol değeri, ilgili Yönetmelik sınır değerleri baz alınarak belirlenir.
- Kalite kontrol grafikleri, o parametrede çalışan personelin en az 14 verisiyle çizilir.
- Kalite kontrol grafikleri, ön işlem gerektiren parametrelerde, ön işlemi içerecek şekilde oluşturulur. (Su/Atıksu, Toprak, sedimet, atık, arıtma çamuru, emisyon, imisyon vb diğer kapsamlarda)
- Kalite kontrol grafikleri, kapsama uygun SRM ile yapılır, elde edilen verilerle, kalite kontrol grafikleri oluşturulur.
- Kalibrasyon eğrisi kontrol çalışması **her analiz öncesi** yapılır, kayıt altına alınır.
- Toprak, sedimet, emisyon, imisyon kapsamlarında kalite kontrol çalışmaları kapsamında yapılıp, **en az ayda bir** Kalite Kontrol Grafiğine işlenir.
- Kalite kontrol grafikleri yıllık olarak oluşturulur. Yeni yılın grafiği bir önceki yıla ait verilerden oluşturulacağı gibi yeniden yapılan çalışmayla da hazırlanabilir.
- Laboratuvar sorumlusu veya kalite yöneticisi değil, analiz personeli, yaptığı kalite kontrol çalışmasının verisini, kalite kontrol grafiğine işlemelidir ve grafiğinin yorumlanması hakkında bilgili olmalıdır.
- Laboratuvarın **ayda bir** yapmış olduğu kalite kontrol çalışmasında kullandığı referans malzemeler ile kalibrasyonda **her analiz öncesi** kullandığı kimyasalların kullanım miktarlarına bakılır, yapılan analize göre kullanılan kimyasal tüketimi birbiri ile örtüşmelidir. Burada laboratuvara alınan kimyasalların fatura kontrolü yapılarak kullanım miktarlarına ulaşılır.

➤ Bu çalışmalar Referans Madde (RM) veya Sertifikalı Referans Madde (SRM) ile yapılır. Kalibrasyon eğrisinde kullanılan Madde ile Kalite Kontrol çalışmalarında kullanılan Madde farklı olmalıdır. Yani Laboratuvar SRM veya toz kimyasaldan hazırladığı RM ile metot teyidi yapabilir, ama Kalite kontrolde kullandığı SRM farklı marka veya aynı markanın farklı LOT numarasından olmalıdır.

➤ Kullanım tarihi geçmiş kimyasalların, SRM/RM lerin kullanılması durumunda, yeni tarihli kimyasallarla yapılan karşılaştırma ve kalite kontrol çalışmalarında, sonuçların uygunluğu kontrol edilir, kayıt altına alınır. Kullanım tarihi geçmiş bu malzemelerin, aylık yapılan kontrollerinin uygun olması halinde, kullanımına devam edilir.

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ ÇALIŞMALARI

Ölçüm Belirsizliği Raporu Kalite Sisteminde tanımlı bir doküman olmalıdır ve aşağıda yer alan bilgileri içerir.

- Analiz tarihleri, metot bilgisi ve çalışmaya katılan personel bilgisi,
- Sonuca etkisi olan belirsizlik kaynaklarını.
 - ✓ Cam malzeme (pipet, balon joje, mezür, otomatik pipet, vb) belirsizliği,
 - ✓ Tartımdan gelen belirsizlik,
 - ✓ Tekrarlanabilirlik, Tekrarüretilebilirlik belirsizliği,
 - ✓ Kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik,
 - ✓ Kullanılan RM/SRM'in Geri Kazanım Belirsizliği

Bu kaynaklardan gelen belirsizlikler kontrol edilir. Belirsizliklerden toplam belirsizliğe en çok etki eden belirsizlik nedir kontrol edilir. En önemli belirsizlik kaynağı Tekrarlanabilirlik, Tekrarüretilebilirlik verilerinden gelir.

Kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik değeri, Tekrarlanabilirlik, Tekrarüretilebilirlik belirsizliklerinden daha düşük olmalıdır.

Toplam Belirsizliğe etkisi küçük/az olan belirsizlikler (örn: cam malzeme belirsizliği, teraziden, etalondan gelen belirsizlik) sonucu etkilemeyeceğinden, ihmal edilebilir; ancak Laboratuvarın ihmal ettiği bu belirsizlikleri bir dokümanında göstermeli, kayıt altına almalıdır.

➤ Hesaplanan belirsizlik genişletilmiş ve relatif belirsizlik olarak gösterilmeli ve Belirsizlik değerinin Analiz Raporlarında nasıl ifade edileceği de tanımlanmalıdır.

Laboratuvar genişletilmiş belirsizlik olarak sonuç verebilir; ancak bu durumda genişletilmiş belirsizlik için farklı derişimlerde belirsizlik hesaplanmış olması gerekir.

Laboratuvarın, analiz sonucunu relatif belirsizlik olarak vermesi daha uygundur.

Örnek:

$$\text{SONUÇ} = X \pm \text{GB ya da}$$

$$X \pm X * \% \text{RB}$$

$$\text{Örn: } 0,5 \pm 0,012 \text{ yada } 0,5 \pm 0,5 * 2,43 / 100 \text{ gibi}$$

Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.

Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.

Planlı Veya Ani Denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanları verilir.

ICP,ICP MS, AAS CİHAZLARIYLA ANALİZLER

(Su, Atık Su, Deniz Suyu, Toprak, Çamur, Atık Yağ, Atık, Sediment, Biyota) (Emisyon, İmisyon v.b. kapsamlarında Metaller)

- Personelin analizlerdeki yetki listesi istenir ve analizlerde görevli personelin listede yetkilendirilmiş olup olmadığı sorgulanır.
Bu cihazda çalışan personelin eğitimine bakılır. Eğitim diğer laboratuvar çalışanları tarafından verilmiş ise, eğitim prosedüründeki uygulama kontrol edilir. Eğitim sırasında yapılan analizlere ait ham veri kayıtları incelenir.
Eğer eğitim, cihazın distribütör firması tarafından verilmiş ise, firma tarafından verilmiş olan eğitim belgesi incelenir. Laboratuvardan ayrıca bu konuda iç eğitim talep edilmez; ancak personelin, tüm metot doğrulama/ geçerli kılma (verifikasyon/ validasyon) çalışmaları ile kalite kontrol çalışmalarına katılmış olması gerekir.
- AAS, ICP, ICP MS Cihazları, ortam şartlarının uygunluğu kontrol edilir. Uygun sıcaklık değeri $23\pm 5^{\circ}\text{C}$ dir. Kalibrasyon eğrisiyle, kalite kontrol çalışması ve analizlerin yapıldığı ortam sıcaklığının aynı olması sağlanmalıdır. Ortam sıcaklığı dataloger ile olabildiği gibi termometreyle de takip edilebilir.
- Ön İşlemler cihazdan farklı ortamda yapılır. Ön işlemlerin yapıldığı ortamda havalandırma, klima, çeker ocak bulunmalıdır. Ön işlem ortam sıcaklık değeri $20\pm 5^{\circ}\text{C}$ dir.
- Cihaz kullanım talimatı, analiz talimatı incelenir. Analiz talimatlarının, cihazda yapılan parametre ve kapsamanalizlerine uygun olup olmadığı kontrol edilir. Talimatın metodun çevirisi şeklinde değil, uygulamayı yansıtacak şekilde olması gerekir.
- Metot doğrulama/ geçerli kılma raporları incelenir. Tüm kapsam ve parametrede, metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmalarının olup olmadığı kontrol edilir. Tüm metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmaları, kalite kontrol grafikleri ve ölçüm belirsizliği hesaplarının bulunduğu elektronik ortam kayıtları, analiz ham verileri/ cihaz çıktılarının kontrolü yapılır. Bu uygulamanın ne şekilde yürütüleceği, ilgili dokümanda (Prosedür/ Talimat) tanımlı olmalıdır. İlgili doküman kontrol edilir.
- AAS, ICP, ICP MS Cihazları, belirtilen plana uygun olarak performans testinin yaptırılıp yaptırılmadığı kontrol edilir. Kalite kontrol çalışmaları uygunsa, cihaz performansının 2 yılda bir yapılması uygun olabilir.
- Laboratuvarda, elektrik kesintilerine karşı kesintisiz güç kaynağı (UPS-Uninterruptible Power Supply – UPS) bulunmalıdır

METOT DOĞRULAMA (verifikasyon) RAPORLARI (Standart bir metodu doğrulama)

Yapılması Gereken Çalışmalar:

LOD, LOQ (Limit Of Dedection/ Limit Of Quantification- Tayin Limiti/ Ölçüm Limiti)

Tekrarlanabilirlik

Tekrar üretilebilirlik

Geri kazanım

Seçicilik (kapsamda numune ile çalışma)

Çalışma aralığı

METOT GEÇERLİ KILMA (validasyon) RAPORLARI (İşletme içi metotları geçerli kılma)

Yapılması gereken çalışmalar:

LOD, LOQ

Çalışma aralığı

Tekrarlanabilirlik

Tekrarüretilebilirlik

Geri kazanım

Seçicilik (Kapsamda, numune ile çalışma)

Sağlamlık (Yeterlilik Testlerine Katılım ve başarılı sonuç alma)

METOT DOĞRULAMA / METOT GEÇERLİ KILMA RAPORLARININ İÇERİĞİ

- Kalite sisteminin tanımlı bir dokümanı olmalıdır.
- Analiz tarihlerini, metot bilgisini (son basım olmalıdır)ve çalışmaya katılan personel adlarını içermelidir.
- Teorik bilgileri ve yapılan çalışmanın ne olduğu ile ilgili kısa açıklamaları içermelidir.
- Analizler hakkında ilgili talimatlara atıfta bulunmalıdır.
- Personelin analiz verilerindeki uyumu ile ilgili değerlendirmeler, istatistiksel hesaplama dayandırılmalıdır. (F testi (iki personelin standart sapmalarının karşılaştırılması), t testi (analiz personelinin sonucunun Referans madde/Ortalama değer ile değerlendirilmesi), anova (ikiden fazla personelin sonuçlarının değerlendirilmesi vb.)
- LOD, LOQ: İşletme içi metotlarda, blank veya sinyal/gürültü ile hesaplanan LOQ değeri, raporlama değeri olarak verilecekse, teyit edilmelidir. Laboratuvar, ölçüm limiti çalışmasını, standart metodun LOQ değerinde yada Yönetmeliklerdeki alt limite uygun bir değerde yapmalıdır. En düşük raporlama değeri, teyit edilen LOQ değeridir. Yetkili personelden birisinin bu çalışmayı yapması yeterlidir.
- Çalışma aralığı belirtilmelidir. (Laboratuvar tarafından belirlenen raporlanabilecek en düşük değer ile çalışabilecek en yüksek değeri ifade eder.)
- Tekrarlanabilirlik/ Tekrar üretilebilirlik çalışmaları yapılmalıdır. Yetkili olan her personel, en az 7 tekrarlı orta ve yüksek noktalarda çalışma yapmalıdır. (Düşük değer: raporlanabilecek en düşük değer olarak bulunan değeri ifade eder)
- Seçicilik/ Geri kazanım: Kapsam çalışması yapılmalıdır. Su /Atıksu, deniz suyu kapsamındaki analizlerde, geri kazanım çalışmaları gerçek numunede spike (zenginleştirme) ile yapılır. Bu çalışma teorik değer, tespit edilen değer ve % geri kazanım olarak gösterilir.
- Deniz suyu kapsamında, kalibrasyon eğrisi, sentetik deniz suyu/ deniz suyu ile oluşturulur. Deniz suyu ile seyreltme yapmadan çalışılır.
- Kalibrasyon eğrisi en az 5 noktada ve eğim (r / korelasyon katsayısı) en az 0,99 olmalıdır.
- Kalibrasyon eğrisinde kullanılan madde ile kalibrasyon eğrisi kontrol çalışmalarında kullanılan madde farklı olmalıdır. Yani Laboratuvar SRM veya RM ile metot doğrulama yapabilir, ama kalibrasyon eğrisi kontrol çalışmalarında kullandığı SRM farklı marka veya aynı markanın farklı LOT numarasından olmalıdır.

- Biyota kapsamında laboratuvar, SRM/RM ile çalışmalıdır.
- Kalibrasyonun özellikle yönetmeliklerin ihtiyacını karşılayan aralıklarda çizdirilmiş olması beklenir.
- Kendi iç izlemesini yapan laboratuvar, iç izlemesini yaptığı tesisindeki parametrenin ilgili Mevzuattaki tablo sınır değerine göre, tek bir derişimde, tekrarlanabilirlik/ tekrar üretilebilirlik, kalite kontrol çalışmalarını yapabilir.

ANALİZ ÖNCESİ VE ANALİZ ANINDA

- Analize başlanmadan önce Cihazın Optimizasyon ayarlarının yapılıp yapılmadığı kontrol edilir.
- Cihazın her açılışında kalibrasyon eğrisi yenilenir.
- Çalışılan kapsama uygun ön işlem yapılır.
- Su- Atık su da; Toplam Metal ve Çözünmüş Metal ön işlemleri farklıdır. Toplam metal analizinde asitle Özütleme yapılırken, çözünmüş metal analizinde, gelen numunenin AKM ve bulanıklığına göre gerekirse süzme işlemi yapılır.
- Toprak, sedimet, biyota, atık yağ, emisyon, imisyon vb. kapsamlarında ön işleminde mikrodalga kullanılır.
- Kullanılan tüp çevre şartları açısından zincirlenerek sabitlenmiş ya da dışarıda özel kabinin içinde sabitlenmiş olmalıdır.
- Toprak, sedimet, atık yağ, biyota emisyon, imisyon kapsamlarında, referans malzeme ile yapılan analiz sonuçları, sertifika değeri ile karşılaştırılır, yapılan hesaplamalar kontrol edilir.
- Laboratuvarda birden fazla AAS, ICP, ICP MScihazı varsa her iki cihazda da doğrulama/geçerli kılma çalışması yapılmalıdır.
- AAS cihazıyla analiz yapılması durumunda, her metal için lamba kontrolü yapılır.
- Deniz suyu numunelerinde, ekstraksiyon ön işlemi yapılır veya klorür giderici uygun aparatlar kullanılır.
- Kalibrasyon eğrisinde kullanılan madde ile kalibrasyon eğrisi kontrol çalışmalarında kullanılan madde farklı olmalıdır. Yani Laboratuvar SRM veya RM ile metot teyidi yapabilir, ama kalibrasyon eğrisi kontrol çalışmalarında kullandığı SRM farklı marka veya aynı markanın farklı LOT numarasından olmalıdır.

KALİTE KONTROL ÇALIŞMALARI

- Kalite kontrol değeri, ilgili Yönetmelik sınır değerleri baz alınarak belirlenir.
- Kalite kontrol grafikleri, o parametrede çalışan personelin en az 14 verisiyle çizilir.

- Kalite kontrol grafikleri, ön işlem gerektiren parametrelerde, ön işlemi içerecek şekilde oluşturulur.(Atık su, Toprak, sedimet, biyota, atık yağ, atık çamur, emisyon, imisyon vb diğer kapsamlarda)
- Kalite kontrol grafikleri, kapsam uygun SRM ile yapılır, elde edilen verilerle,kalite kontrol grafikleri oluşturulur.
- Kalibrasyon eğrisi kontrol çalışması **her analiz öncesi** yapılır, kayıt altına alınır..
- Toprak, sedimet, biyota, atık yağ, emisyon, imisyon kapsamlarında kalite kontrol çalışmaları kapsamda yapılıp, **en az ayda bir** Kalite Kontrol Grafiğine işlenmelidir.
- Kalite kontrol grafikleri yıllık olarak oluşturulmalıdır. Yeni yılın grafiği bir önceki yıla ait verilerden oluşturulacağı gibi yeniden yapılan çalışmayla da hazırlanabilir.
- Laboratuvar sorumlusu veya kalite yöneticisi değil,analiz personeli, yaptığı kalite kontrol çalışmasının verisini, kalite kontrol grafiğine işlemelidir ve grafiğinin yorumlanması hakkında bilgili olmalıdır.
- Laboratuvarın **ayda bir** yapmış olduğu kalite kontrol çalışmasında kullandığı referans malzemeler ile kalibrasyonda **her analiz öncesi** kullandığı kimyasalların kullanım miktarlarına bakılır, yapılan analize göre kullanılan kimyasal tüketimi birbiri ile örtüşmelidir. Burada laboratuvara alınan kimyasalların fatura kontrolü yapılarak kullanım miktarlarına ulaşılır.
- Kullanım tarihi geçmiş kimyasalların, SRM/RM lerin kullanılması durumunda, yeni tarihli kimyasallarla yapılan karşılaştırma ve kalite kontrol çalışmalarında, sonuçların uygunluğu kontrol edilir, kayıt altına alınır. Kullanım tarihi geçmiş bu malzemelerin, aylık yapılan kontrollerinin uygun olması halinde, kullanımına devam edilir.

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ ÇALIŞMALARI

Ölçüm Belirsizliği Raporu Kalite Sisteminde tanımlı bir doküman olmalıdır ve aşağıda yer alan bilgileri içerir.

- Analiz tarihleri, metot bilgisi ve çalışmaya katılan personel bilgisi,
- Sonuca etkisi olan belirsizlik kaynakları:
 - ✓ Cam malzeme (pipet, balon joje, mezür, otomatik pipet, vb) belirsizliği,
 - ✓ Tekrarlanabilirlik, Tekrar üretilebilirlik belirsizliği,
 - ✓ Kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik,
 - ✓ Kullanılan RM/SRM' in Geri Kazanım Belirsizliği

Bu kaynaklardan gelen belirsizlikler kontrol edilir. Belirsizliklerden toplam belirsizliğe en çok etki eden belirsizlik nedir kontrol edilir. En önemli belirsizlik kaynağı tekrarlanabilirlik, tekrar üretilebilirlik verilerinden gelir.

Kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik değeri, tekrarlanabilirlik,tekrar üretilebilirlik belirsizliklerinden daha düşük olmalıdır.

Toplam Belirsizliğe etkisi küçük/az olan belirsizlikler (örn: cam malzeme belirsizliği) sonucu etkilemeyeceğinden, ihmal edilebilir; ancak Laboratuvarın ihmal ettiği bu belirsizlikleri bir dokümanında göstermeli, kayıt altına almalıdır.

- Hesaplanan belirsizlik genişletilmiş ve relatif belirsizlik olarak gösterilmeli ve Belirsizlik değerinin Analiz Raporlarında nasıl ifade edileceği de tanımlanmalıdır.

Laboratuvarın, analiz sonucunu relatif belirsizlik olarak vermesi daha uygundur.

Örnek:

$$\text{SONUÇ} = X \pm \text{GB} \text{ ya da}$$

$$= X \pm X * \text{RB}$$

$$\text{Örn: } 0,5 \pm 0,012 \text{ yada } 0,5 \pm 0,5 * 2,43 / 100 \text{ gibi}$$

Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.

Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.

Planlı veya ani denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanları verilir.



GC, GC MS v.b. CİHAZLARLA YAPILAN ORGANİK ANALİZLER
(Su, Toprak, Atık, Sediment, Biyota, Emisyon, İmisyon v.b. kapsamlarında)
(PAH, PESTİSİT, VOC, PCB, FENOL, MERKAPTANLAR, DİOKSİN-FURAN vb.)

- Personelin analizlerdeki yetki listesi istenir ve analizlerde görevli personelin listede yetkilendirilmiş olup olmadığı sorgulanır.
 Bu cihazda çalışan personelin eğitimine bakılır. Eğitim diğer laboratuvar çalışanları tarafından verilmiş ise, eğitim prosedüründeki uygulama kontrol edilir. Eğitim sırasında yapılan analizlere ait ham veri kayıtları incelenir.
 Eğer eğitim, cihazın distribütör firması tarafından verilmiş ise, firma tarafından verilmiş olan eğitim belgesi incelenir. Laboratuvardan ayrıca bu konuda iç eğitim talep edilmez; ancak personelin, tüm metot doğrulama/ geçerli kılma (verifikasyon/ validasyon) çalışmaları ile kalite kontrol çalışmalarına katılmış olması gerekir.
- GC Cihazının bulunduğu ortam şartlarının uygunluğu kontrol edilir. Uygun sıcaklık değeri 22 ± 3 °C dir. Ortam sıcaklığı data loger / termometreyle de takip edilir.
- Ön İşlemler cihazdan farklı ortamda yapılır. Ön işlemlerin yapıldığı ortamda havalandırma, klima, çeker ocak bulunmalıdır. Ortam sıcaklık değeri 22°C yi geçmemelidir. Ortam sıcaklığı data loger ile takip edilir. Ön işlemler çeker ocakta yapılır.
- Cihaz kullanım talimatı, analiz talimatı incelenir. Analiz talimatlarının, GC cihazında yapılan, parametre ve kapsam analizlerine uygun olup olmadığı kontrol edilir. Talimatın metodun çevirisi şeklinde değil, uygulamayı yansıtacak şekilde olması gerekir.
- Metot doğrulama/ geçerli kılma raporları incelenir. Tüm kapsam ve parametrede, metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmalarının olup olmadığı kontrol edilir. Tüm metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmaları, kalite kontrol grafikleri ve ölçüm belirsizliği hesaplarının bulunduğu elektronik ortam kayıtları, analiz ham verileri/ cihaz çıktılarının kontrolü yapılır. Bu uygulamanın ne şekilde yürütüleceği, ilgili dokümanda (Prosedür/ Talimat) tanımlı olmalıdır. İlgili doküman kontrol edilir.
- GC cihazının belirtilen plana uygun olarak performans testinin yaptırılıp yaptırılmadığı kontrol edilir. Kalite kontrol çalışmaları uygunsa, cihaz performansının 2 yılda bir yapılması uygun olabilir.
- Laboratuvarda, elektrik kesintilerine karşı kesintisiz güç kaynağı (UPS-Uninterruptible Power Supply – UPS) bulunmalıdır

METOT DOĞRULAMA (verifikasyon) RAPORLARI (Standart bir metodu doğrulama)

Yapılması Gereken Çalışmalar:

LOD, LOQ (Limit Of Dedection/ Limit Of Quantification- Tayin Limiti/ Ölçüm Limiti)

Tekrarlanabilirlik

Tekrar üretilebilirlik

Geri kazanım

Seçicilik (kapsamda, numune ile çalışma)

Çalışma aralığı

METOT GEÇERLİ KILMA (validasyon) RAPORLARI (İşletme içi metotları geçerli kılma)

Yapılması Gereken Çalışmalar:

LOD, LOQ

Çalışma aralığı

Tekrarlanabilirlik

Tekrarüretilebilirlik

Geri kazanım

Seçicilik (Kapsamda numune ile çalışma)

Sağlamlık (Yeterlilik Testlerine Katılım ve başarılı sonuç alma)

METOT DOĞRULAMA/ METOT GEÇERLİ KILMARAPORLARININ İÇERİĞİ

- Kalite sisteminin tanımlı bir dokümanı olmalıdır.
- Analiz tarihlerini, metot bilgisini (son basım olmalıdır) ve çalışmaya katılan personel adlarını içermelidir.
- Teorik bilgileri ve yapılan çalışmanın ne olduğu ile ilgili kısa açıklamaları içermelidir.
- Analizler hakkında ilgili talimatlara atıfta bulunmalıdır.
- Personelin analiz verilerindeki uyumu ile ilgili değerlendirmeler, istatistiksel hesaplama dayandırılmalıdır. (F testi (iki personelin standart sapmalarının karşılaştırılması), t testi (analiz personelinin sonucunun referans madde/ortalama değer ile değerlendirilmesi), anova (ikiden fazla personelin sonuçlarının değerlendirilmesi vb.)
- LOD,LOQ: İşletme içi metotlarda, blank veya sinyal/gürültü ile hesaplanan LOQ değeri, raporlama değeri olarak verilecekse, teyit edilmelidir. Laboratuvar, ölçüm limiti çalışmasını, standart metodun LOQ değerinde yada Yönetmeliklerdeki alt limite uygun bir değerde yapmalıdır. En düşük raporlama değeri, teyit edilen LOQ değeridir. Yetkili personelden birisinin bu çalışmayı yapması yeterlidir.
- Çalışma aralığı belirtilmelidir. (Laboratuvar tarafından belirlenen raporlanabilecek en düşük değer ile çalışabilecek en yüksek değeri ifade eder.)
- Tekrarlanabilirlik/ Tekrar üretilebilirlik çalışmaları yapılmalıdır. Yetkili olan her personel, en az 7 tekrarlı orta ve yüksek noktalarda çalışma yapmalıdır.
- Seçicilik/ Geri kazanım: Kapsam çalışması yapılmalıdır. Su /Atıksu, deniz suyu kapsamındaki analizlerde, geri kazanım çalışmaları gerçek numunede spike (zenginleştirme) ile yapılır. Bu çalışma teorik değer, tespit edilen değer ve % geri kazanım olarak gösterilir.
- Kalibrasyon eğrisi en az 5 noktada ve eğim (r / korelasyon katsayısı) en az 0,96 olmalıdır. Kalibrasyon eğrisinin kontrolü, her analiz seti öncesi yapılır, kayıt altına alınır.
- Kalibrasyon eğrisinde kullanılan madde ile kalibrasyon eğrisi kontrol çalışmalarında kullanılan madde farklı olmalıdır. Yani Laboratuvar SRM veya RM ile metot doğrulama yapabilir, ama kalibrasyon eğrisi kontrol çalışmalarında kullandığı SRM farklı marka veya aynı markanın farklı LOT numarasından olmalıdır.
- Biyota kapsamında laboratuvar, SRM/RM ile çalışmalıdır.
- Kalibrasyonun özellikle yönetmeliklerin ihtiyacını karşılayan aralıklarda çizdirilmiş olması gerekir.

➤ Kendi iç izlemesini yapan laboratuvar, iç izlemesini yaptığı tesisindeki parametrenin ilgili Mevzuattaki tablo sınır değerine göre, tek bir derişimde, tekrarlanabilirlik/ tekrar üretilebilirlik, kalite kontrol çalışmalarını yapabilir.

ANALİZ ÖNCESİ VE ANALİZ ANINDA

- Analizlerde plastik malzemeler kullanılmamalıdır.
- Analizlerde internal standart kullanılır. Laboratuvarın sahadan numune alması durumunda, surrogate standart da kullanılmalıdır.

SURROGATE STANDART: (Sampling Standart) Numune alma sırasında numune kabına konulur, emisyon/imisyon kapsamında PAH, dioksin furan analizlerinde, numune kabındaki reçine veya solvent üzerine eklenir. Daha sonra bu numune kabına emisyon/imisyon örnekleme/numunesi alınır.

INTERNAL STANDART: (Ekstraksiyon Standardı). Numunenin ön işlem/ ekstraksiyon öncesinde numuneye eklenen standarttır.

RECOVERY STANDART (Şırınga Standardı) cihaza verilmeden önce, numuneye konulur. Cihazın performansını görmek amacıyla kullanılır. Kalibrasyon eğrisinin kontrolü amaçlı kullanılır.

- Parametreye özgü numune temizleme işlemleri (clean up) yapılmalıdır.
- Çalışan personelin güvenliği için, uygun, maske, nitril eldiven, iş gözlüğü gibi kişisel koruyucu donanımlar bulundurulmalıdır.
- Kullanılan tüp çevre şartları açısından zincirlenerek sabitlenmiş ya da dışarıda özel kabinin içinde sabitlenmiş olmalıdır.
- Laboratuvarda aynı cihazdan birden fazla olması durumunda tüm cihazlarda metot doğrulama çalışması yapılmalıdır.
- Aynı cihazda farklı kolonlar kullanılarak analizler yapılıyorsa, kolon değişikliğinde kalibrasyon eğrisi yenilenmeli ve cihaz performansı kontrol edilmelidir. Bu çalışmalara ait kayıtlar incelenir.

KALİTE KONTROL ÇALIŞMALARI

- Kalite kontrol değeri, ilgili Yönetmelik sınır değerleri baz alınarak belirlenir.
- Kalite kontrol grafikleri, o parametrede çalışan personelin en az 14 verisiyle çizilir.
- Kalite kontrol grafikleri, ön işlem gerektiren parametrelerde, ön işlemi içerecek şekilde oluşturulur.(Atık su,Toprak, sedimet, biyota, atık yağ, atık çamur, emisyon/imisyon vb diğer kapsamlarda)
- Kalite kontrol grafikleri, kapsama uygun SRM ile yapılır, elde edilen verilerle, kalite kontrol grafikleri oluşturulur.
- Toprak, sedimet, biyota, atık yağ, emisyon/imisyon, kapsamlarında kalite kontrol çalışmaları **en az ayda bir** yapılır, Kalite Kontrol Grafiğine işlenir.(Emisyon/imisyon kapsamında desorpsiyon çalışması da bir kalite kontroldür).

- Kalite kontrol grafikleri yıllık olarak oluşturulmalıdır. Yeni yılın grafiği bir önceki yıla ait verilerden oluşturulacağı gibi yeniden yapılan çalışmayla da hazırlanabilir.
- Laboratuvar müdürü veya kalite yöneticisi değil ,analiz personeli, yaptığı kalite kontrol çalışmasının verisini, kalite kontrol grafiğine işlemeli ve grafiğinin yorumlanması hakkında bilgili olmalıdır.
- Laboratuvarın **ayda bir** yapmış olduğu kalite kontrol çalışmasında kullandığı referans malzemeler ile kalibrasyonda **her analiz öncesi** kullandığı kimyasalların kullanım miktarlarına bakılır, yapılan analize göre kullanılan kimyasal tüketimi birbiri ile örtüşmelidir. Burada laboratuvara alınan kimyasalların fatura kontrolü yapılarak kullanım miktarlarına ulaşılır.
- Kalibrasyon eğrisi kontrol çalışması **her analiz öncesi** yapılır, kayıt altına alınır.
- Kullanım tarihi geçmiş kimyasalların, SRM/RM lerin kullanılması durumunda, yeni tarihli kimyasallarla yapılan karşılaştırma ve kalite kontrol çalışmalarında, sonuçların uygunluğu kontrol edilir, kayıt altına alınır. Kullanım tarihi geçmiş bu malzemelerin, aylık yapılan kontrollerinin uygun olması halinde, kullanımına devam edilir.

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ ÇALIŞMALARI

Ölçüm Belirsizliği Raporu Kalite Sisteminde tanımlı bir doküman olmalıdır ve aşağıda yer alan bilgileri içerir.

- Analiz tarihleri, metot bilgisi ve çalışmaya katılan personel bilgisi,
- Sonuca etkisi olan belirsizlik kaynaklarını.

Gaz Kromatografi cihazıyla yapılan parametrelerdeki belirsizlik kaynakları genel olarak:

- ✓ Cam malzeme (balon joje, mezür, otomatik pipet, vb) belirsizliği,
- ✓ Tekrarlanabilirlik, tekrar üretilebilirlik belirsizliği,
- ✓ Kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik,
- ✓ Kullanılan RM/SRM'in Geri Kazanım Belirsizliği.

Bu kaynaklardan gelen belirsizliklerden toplam belirsizliğe en çok etki eden belirsizlik nedir kontrol edilir. En önemli belirsizlik kaynağı tekrarlanabilirlik, tekrar üretilebilirlik verilerinden gelir.

Kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik değeri, tekrarlanabilirlik, tekrar üretilebilirlik belirsizliklerinden daha düşük olmalıdır.

Toplam Belirsizliğe etkisi küçük/az olan belirsizlikler (örn: cam malzeme belirsizliği) sonucu etkilemeyeceğinden, ihmal edilebilir; ancak Laboratuvarın ihmal ettiği bu belirsizlikleri bir dokümanında göstermeli, kayıt altına almalıdır.

- Hesaplanan belirsizlik genişletilmiş ve relatif belirsizlik olarak gösterilmeli ve belirsizlik değerinin analiz raporlarında nasıl ifade edileceği de tanımlanmalıdır.

Laboratuvarın, analiz sonucunu relatif belirsizlik olarak vermesi daha uygundur.

Örnek:

$$\text{SONUÇ} = X \pm \text{GB} \text{ ya da}$$

$$= X \pm X * \text{RB}$$

$$\text{Örn: } 0,5 \pm 0,012 \text{ yada } 0,5 \pm 0,5 * 2,43/100 \text{ gibi}$$

Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.

Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.

Planlı veya ani denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanı verilir.



İYON KROMOTOGRAFI (IC) CİHAZIYLA ANALİZLER
(Su ve atık su da, anyon/kasyon, Atık Yağ da Halojen ve Emisyon)
(İmisyon v.b. kapsamlarında Anyonlar)

- Personelin analizlerdeki yetki listesi istenir ve analizlerde görevli personelin listede yetkilendirilmiş olup olmadığı sorgulanır.
 Bu cihazda çalışan personelin eğitimine bakılır. Eğitim diğer laboratuvar çalışanları tarafından verilmiş ise, eğitim prosedüründeki uygulama kontrol edilir. Eğitim sırasında yapılan analizlere ait ham veri kayıtları incelenir.
 Eğer eğitim, cihazın distribütör firması tarafından verilmiş ise, firma tarafından verilmiş olan eğitim belgesi incelenir. Laboratuvardan ayrıca bu konuda iç eğitim talep edilmez; ancak personelin, tüm metot doğrulama/ geçerli kılma (verifikasyon/ validasyon) çalışmaları ile kalite kontrol çalışmalarına katılmış olması gerekir.
- IC Cihazı ortam şartlarının uygunluğu kontrol edilir. Uygun sıcaklık değeri 22 ± 3 °C dir. Cihazda karasızlıklar sıcaklık arttıkça ortaya çıkacağından, cihaz direk güneş ışığı altında ve tozlu ortamda bulundurulmaz. Kalibrasyon eğrisiyle, kalite kontrol çalışması ve analizlerin yapıldığı ortam sıcaklığının aynı olması sağlanır. Ortam sıcaklığı data loger ile olabildiği gibi termometreyle de takip edilebilir.
- Cihaz kullanım talimatı, analiz talimatı incelenir. Analiz talimatlarının, IC cihazında yapılan, parametre ve kapsamanalizlerine uygun olup olmadığı kontrol edilir. Talimatın metodun çevirisi şeklinde değil, uygulamayı yansıtacak şekilde olması gerekir.
- Metot doğrulama/ geçerli kılma raporları incelenir. Tüm kapsam ve parametrede, metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmalarının olup olmadığı kontrol edilir. Tüm metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmaları, kalite kontrol grafikleri ve ölçüm belirsizliği hesaplarının bulunduğu elektronik ortam kayıtları, analiz ham verileri/ cihaz çıktılarının kontrolü yapılır. Bu uygulamanın ne şekilde yürütüleceği, ilgili dokümanda (Prosedür/ Talimat) tanımlı olmalıdır. İlgili doküman kontrol edilir.
- IC Cihazı, belirtilen plana uygun olarak performans testinin yaptırılıp yaptırılmadığı kontrol edilir. Kalite kontrol çalışmaları uygunsa, cihaz performansının 2 yılda bir yapılması uygun olabilir.
- Aynı cihazda farklı kolonlar kullanılarak analizler yapılıyorsa, kolon değişikliğinde kalibrasyon eğrisi yenilenmelidir. Cihaz performansı kontrol edilir.
- Laboratuvarda, Laboratuvarda, elektrik kesintilerine karşı kesintisiz güç kaynağı (UPS-Uninterruptible Power Supply – UPS) bulunmalıdır

METOT DOĞRULAMA (verifikasyon) RAPORLARI (Standart bir metodu doğrulama)

Yapılması Gereken Çalışmalar:

LOD, LOQ (Limit Of Dedection/ Limit Of Quantification- Tayin Limiti/ Ölçüm Limiti)

Tekrarlanabilirlik

Tekrarüretilebilirlik

Geri kazanım

Seçicilik (kapsamda, numune ile çalışma)

Çalışma aralığı

METOT GEÇERLİ KILMA (validasyon) RAPORLARI (İşletme içi metotları geçerli kılma)

Yapılması gereken çalışmalar:

LOD, LOQ
Çalışma aralığı
Tekrarlanabilirlik
Tekrarüretilebilirlik
Geri kazanım
Seçicilik (Kapsamda numune ile çalışma)
Sağlamlık (Yeterlilik Testlerine Katılım ve başarılı sonuç alma)

METOT DOĞRULAMA / METOT GEÇERLİ KILMA RAPORLARININ İÇERİĞİ

- Kalite sisteminin tanımlı bir dokümanı olmalıdır.
- Analiz tarihlerini, metot bilgisini (son basım olmalıdır)ve çalışmaya katılan personel adlarını içermelidir.
- Teorik bilgileri ve yapılan çalışmanın ne olduğu ile ilgili kısa açıklamaları içermelidir.
- Analizler hakkında ilgili talimatlara atıfta bulunmalıdır.
- Personelin analiz verilerindeki uyumu ile ilgili değerlendirmeler, istatistiksel hesaplama dayandırılmalıdır. (F testi (iki personelin standart sapmalarının karşılaştırılması), t testi (analiz personelinin sonucunun Referans madde/Ortalama değer ile değerlendirilmesi), anova (ikiden fazla personelin sonuçlarının değerlendirilmesi vb.)
- LOD, LOQ: İşletme içi metotlarda, blank veya sinyal/gürültü ile hesaplanan LOQ değeri, raporlama değeri olarak verilecekse, teyit edilmelidir. Laboratuvar, ölçüm limiti çalışmasını, standart metodun LOQ değerinde yada Yönetmeliklerdeki alt limite uygun bir değerde yapmalıdır. En düşük raporlama değeri, teyit edilen LOQ değeridir. Yetkili personelden birisinin bu çalışmayı yapması yeterlidir.
- Çalışma aralığı belirtilmelidir. (Laboratuvar tarafından belirlenen raporlanabilecek en düşük değer ile çalışabilecek en yüksek değeri ifade eder.)
- Tekrarlanabilirlik/ Tekrar üretilebilirlik çalışmaları yapılmalıdır. Yetkili olan her personel, en az 7 tekrarlı orta ve yüksek noktalarda çalışma yapmalıdır. (Düşük değer: raporlanabilecek en düşük değer olarak bulunan değeri ifade eder)
- Seçicilik/Geri kazanım: Kapsam çalışması olmalıdır. Su /Atıksu kapsamındaki analizlerde, geri kazanım çalışmaları gerçek numunede spike (zenginleştirme) ile yapılır. Bu çalışma teorik değer, tespit edilen değer ve % geri kazanım olarak gösterilir.
- Kalibrasyon eğrisi en az 5 noktada ve eğim ($r/$ korelasyon katsayısı) en az 0,99 olmalıdır.
- Kalibrasyon eğrisinde kullanılan madde ile kalibrasyon eğrisi kontrol çalışmalarında kullanılan madde farklı olmalıdır. Yani Laboratuvar SRM veya RM ile metot doğrulama yapabilir, ama kalibrasyon eğrisi kontrol çalışmalarında kullandığı SRM farklı marka veya aynı markanın farklı LOT numarasından olmalıdır.
- Kalibrasyonun özellikle yönetmeliklerin ihtiyacını karşılayan aralıklarda çizdirilmiş olması beklenir.

➤ Emisyon, imisyon kapsamındaki anyonparametrelerinin analizinde, kalibrasyon eğrisi oluşturulurken, standart çözeltiler,örneklemenin alındığı çözeltiliyle hazırlanmalıdır.

KALİTE KONTROL ÇALIŞMALARI

- Kalite kontrol değeri, ilgili Yönetmelik sınır değerleri baz alınarak belirlenir.
- Kalite kontrol grafikleri, o parametrede çalışan personelin en az 14 verisiyle çizilir.
- Kalite kontrol grafikleri, ön işlem gerektiren parametrelerde, ön işlemi içerecek şekilde oluşturulur.(Atık su,Toprak, sedimet, atık yağ, atık çamur, emisyon,imisyon vb diğer kapsamlarda)
- Kalite kontrol grafikleri, kapsam uygun SRM ile yapılır, elde edilen verilerle,kalite kontrol grafikleri oluşturulur.
- Kalite kontrol grafikleri, ön işlem gerektiren parametrelerde, ön işlemi içerecek şekilde oluşturulur.(Atık su,Toprak, sedimet, atık yağ, atık çamur, emisyon vb diğer kapsamlarda)
- Kalibrasyon eğrisi kontrol çalışması **her analiz öncesi** yapılır, kayıt altına alınır.
- Toprak, sedimet, biyota, atık yağ, emisyon kapsamlarında kalite kontrol çalışmaları kapsamında yapılp, **en az ayda bir** Kalite Kontrol Grafiğine işlenmelidir.
- Kalite kontrol grafikleri yıllık olarak oluşturulmalıdır. Yeni yılın grafiği bir önceki yıla ait verilerden oluşturulacağı gibi yeniden yapılan çalışmayla da hazırlanabilir.
- Laboratuvar sorumlusu veya kalite yöneticisi değil, analiz personeli, yaptığı kalite kontrol çalışmasının verisini, kalite kontrol grafiğine işlemelidir ve grafiğinin yorumlanması hakkında bilgili olmalıdır.
- Laboratuvarın **ayda bir** yapmış olduğu kalite kontrol çalışmasında kullandığı referans malzemeler ile kalibrasyonda **her analiz öncesi** kullandığı kimyasalların kullanım miktarlarına bakılır, yapılan analize göre kullanılan kimyasal tüketimi birbiri ile örtüşmelidir. Burada laboratuvara alınan kimyasalların fatura kontrolü yapılarak kullanım miktarlarına ulaşılır.
- Kullanım tarihi geçmiş kimyasalların, SRM/RM lerin kullanılması durumunda, yeni tarihli kimyasallarla yapılan karşılaştırma ve kalite kontrol çalışmalarında, sonuçların uygunluğu kontrol edilir, kayıt altına alınır. Kullanım tarihi geçmiş bu malzemelerin, aylık yapılan kontrollerinin uygun olması halinde, kullanımına devam edilir.

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ ÇALIŞMALARI

Ölçüm Belirsizliği Raporu Kalite Sisteminde tanımlı bir doküman olmalıdır ve aşağıda yer alan bilgileri içerir.

- Analiz tarihleri, metot bilgisi ve çalışmaya katılan personel bilgisi,
- Sonuca etkisi olan belirsizlik kaynakları:
 - ✓ Cam malzeme (pipet, balon joje, mezür, otomatik pipet, vb) belirsizliği,

- ✓ Tekrarlanabilirlik, Tekrar üretilebilirlik belirsizliği,
- ✓ Kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik,
- ✓ Kullanılan RM/SRM'in Geri Kazanım Belirsizliği

Bu kaynaklardan gelen belirsizlikler kontrol edilir. Belirsizliklerden toplam belirsizliğe en çok etki eden belirsizlik nedir kontrol edilir. En önemli belirsizlik kaynağı Tekrarlanabilirlik, Tekrar üretilebilirlik verilerinden gelir.

Kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik değeri, tekrarlanabilirlik,tekrar üretilebilirlik belirsizliklerinden daha düşük olmalıdır.

Toplam Belirsizliğe etkisi küçük/az olan belirsizlikler (örn: cam malzeme belirsizliği) sonucu etkilemeyeceğinden, ihmal edilebilir; ancak Laboratuvarın ihmal ettiği bu belirsizlikleri bir dokümanında göstermeli, kayıt altına almalıdır.

- Hesaplanan belirsizlik genişletilmiş ve relatif belirsizlik olarak gösterilmeli ve Belirsizlik değerinin Analiz Raporlarında nasıl ifade edileceği de tanımlanmalıdır.

Laboratuvarın, analiz sonucunu relatif belirsizlik olarak vermesi daha uygundur.

Örnek:

$$\text{SONUÇ} = X \pm \text{GB} \text{ ya da} \\ = X \pm X * \text{RB}$$

Örn: $0,5 \pm 0,012$ yada $0,5 \pm 0,5 * 2,43/100$ gibi

Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.

Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.

Planlı Veya Ani Denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanları verilir.

BALIK BİYODENEYİ (ZEHİRLİLİK SEYRELME FAKTÖRÜ - ZSF) ANALİZİ
(Su, Atık Su, Deniz Suyu)

➤ Personelin analizlerdeki yetki listesi istenir ve analizlerde görevli personelin listede yetkilendirilmiş olup olmadığı sorgulanır.

Bu analizde çalışan personelin, oryantasyon eğitimine bakılır ve eğitim sırasında yapılan analizlere ait ham veri kayıtları incelenir.

➤ Ortam şartlarının uygunluğu kontrol edilir. Deney için uygun su sıcaklığı 20 ± 1 °C olduğundan, ortam şartlarının uygun sıcaklık değeri olan 20 ± 1 °C olması sağlanmış olması gerekir. Ortam sıcaklığı data loger ile olabildiği gibi termometreyle de takip edilebilir.

➤ ZSF, laboratuvarında diğer analizlerden ayrı bir bölümde yapılmalıdır. Analizin, laboratuvarında yapılan ön işlem (distilasyon, asitle özütleme v.b) ve analiz esnasında oluşabilecek kimyasalların etkisinden etkilenmemesi sağlanır.

➤ Analiz talimatı, metoda ve uygulamaya uygun olarak hazırlanmış olmalıdır. Talimatın metodun çevirisi şeklinde değil, uygulamayı yansıtacak şekilde olması gerekir.

➤ Metot Doğrulama (verifikasyon) Raporları incelenir. Metot doğrulama sürecindeki tekrarlanabilirlik ve tekrar üretilebilirlik çalışmalarına ait ham veriler incelenir.

➤ Suyun sıcaklığının ölçüldüğü termometrenin kalibrasyonu kontrol edilir ve sertifikasının uygunluğu değerlendirilir.

METOT DOĞRULAMA (verifikasyon) RAPORLARI (Standart bir metodu doğrulama)

Yapılması Gereken Çalışmalar:

Tekrarlanabilirlik

Tekrarüretilebilirlik

METOT DOĞRULAMA / METOT GEÇERLİ KILMA RAPORLARININ İÇERİĞİ

➤ Kalite sisteminin tanımlı bir dokümanı olmalıdır;

➤ Analiz tarihlerini, metot bilgisini (son basım olmalıdır) ve çalışmaya katılan personel adlarını içermelidir;

➤ Teorik bilgileri ve yapılan çalışmanın ne olduğu ile ilgili kısa açıklamaları içermelidir.

➤ Analizler hakkında ilgili talimatlara atıfta bulunmalıdır.

➤ Personelin analiz verilerindeki uyumu ile ilgili değerlendirmeler, istatistiksel hesaplama dayandırılmalıdır. (F testi (iki personelin standart sapmalarının karşılaştırılması), t testi (analiz personelinin sonucunun Referans madde/Ortalama değer ile değerlendirilmesi), anova (ikiden fazla personelin sonuçlarının değerlendirilmesi vb.)

- Tekrarlanabilirlik/ Tekrar üretilebilirlik çalışmaları yapılmalıdır. Yetkili olan her personel, en az 2 tekrarlı çalışma yapmalıdır.
- Metot Doğrulama tekrarlanabilirlik çalışmalarının yönetmelik tablolarında verilen değerleri karşılayacak şekilde olması beklenir.

ANALİZ ÖNCESİ VE ANALİZ ANINDA

- Bu parametrede, Laboratuvarlar iki metottan birini uygulamaktadır. Seçilen analiz metoduna uygun çalışılması istenir.
(10.10.2009 tarihli 27372 sayılı Resmî Gazetede yayımlanan Su Kirliliği Kontrolü Yönetmeliği Numune Alma Ve Analiz Metotları Tebliği ve TS 5676 Balıklar İçin Toksikite Tolerans Testi)
- Atık su, deniz suyu kapsamlarında yapılan çalışmada, kapsamlarına uygun balık kullanılmalıdır. Deniz suyunda *Lebistes reticulatus* kullanılamaz.
- Test balıklarının analizden önce 1 hafta süre ile bekletme havuzlarında bekletilmesi ve test için hazırlanması uygundur. Bekletme sırasında balıkların 1 hafta içindeki ölüm oranı % 1'i aşmamalıdır.
- Analiz için metoda uygun miktarda numune alınmış olmalıdır.
- Analizde en az 5 L test suyu (numune + seyreltme suyu) kullanılır. Test suyu pH değeri, sıcaklığı ve çözülmüş oksijen değeri ölçülerek kayıt altına alınır, bekleme süresi 48 saattir.
- Seyreltme suyuna, test suyuna yapılan tüm işlemler paralel olarak yapılır.
- Analizlerde bir bekletme tankı (akvaryum), seyreltme suyu tankı ve en az 3 tanede seyreltme tankları olmak üzere toplam 5 tank kullanılır.
- Tankların boyutları, kullanılan metotta verilen değerler ile örtüşmelidir. Metotta verilen tank boyutları, kullanılan test suyuna göre oranlanabilir.

Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.

Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.

Planlı Veya Ani Denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanları verilir.

MİKROBİYOLOJİK ANALİZLER

- Numunelerin uygun kaplarda ve analizlere yetecek miktarlarda alınmış olduğu, kontrol edilir Numune alındığı andan itibaren, soğuk zincirle laboratuvara taşınmalı ve 24 saat içinde analize başlanmalıdır.
- Laboratuvarda “ekim ve inkübasyon” ile “dekontaminasyon” bölümleri ayrı olmalıdır. Eğer laboratuvarda besiyeri hazırlanıyorsa bu bölüm de ayrı olmalıdır.
- Tezgâhlar mikrobiyolojik çalışmalara uygun mikroorganizma tutmayan malzemelerden olmalıdır, köşeli bölümlerden kaçınılmalıdır. (fayans, ahşap vb olmamalıdır).
- Ekim odasında sterilizasyon, UV lamba vb. ile sağlanmalıdır. UV lamba çalıştığı zaman laboratuvar girişine uyarı yazısı asılmalı, lamba açma/kapama düğmesi, personelin UV ışınına maruz kalmaması için, lambanın bulunduğu ortamdan ayrı olmalıdır.
- Ekim, ya Laminair flow kabin içinde ya da bek alevinde yapılır. LPG tüpleri laboratuvar dışında tutulur.
- İnkübasyon süresi ve sıcaklığı metoda uygun olmalıdır. Analiz süresince inkübatör sıcaklık değerleri, data loger ile, belirli periyotlarda kayıt altına alınır.
- Ortamın (tezgâhların ve laboratuvar ortamındaki havanın) sterilizasyonu, belirlenen aralıklarla kontrol edilip, kayıt altına alınır.
- Laboratuvar girişinde antimikrobiyal paspas bulundurulur veya laboratuvara girerken galoş giyilir. Personel analiz sürecinde önlük giyer. Analiz yapılacak parametrelere uygun olarak da eldiven, maske vb. koruyucu ekipman da kullanılır.
- Laboratuvarda, eğer dekontaminasyon yapılıyorsa ayrı ortamlarda, temiz ve kirli otoklavı olmak üzere iki adet otoklav bulundurulur. Hazır besiyeri kullanılıyor ve dekontaminasyon yapılmıyorsa, atılacak kültürler ve kontamine materyaller uygun şekilde depolanır ve tıbbi atık bertaraf firmalarına belirli sıklıkta teslim edilir. Bu kayıtlar incelenir.
- Besiyeri ve numuneler ayrı buzdolaplarında bulundurulur, eğer mümkün değilse aynı buzdolabında farklı bölmelerde, ışık almayacak şekilde, uygun saklama koşullarında muhafaza edilir.
- Analizlerle ilgili ham veriler, belirtilen periyotlarda standart mikroorganizmalarla yapılan kalite kontrol çalışmaları kayıt altına alınır.
- Laboratuvar çıkışında, personelinin el temizliği için uygun koşullar sağlanır.
- Laboratuvarda göz duşu bulunmalıdır.

- Otoklavların her kullanımında kimyasal indikatör (otoklav bandı) kullanılır. Belli sıklıkta da biyolojik indikatör ile sterilizasyon kontrolünün sağlanması önerilir.

Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.

Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.

Planlı Veya Ani Denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanları verilir.



KÖMÜR ve SIVI YAKIT ANALİZLERİ

- Personelin analizlerdeki yetki listesi istenir ve analizlerde görevli personelin listede yetkilendirilmiş olup olmadığı sorgulanır.
- Bu cihazda çalışan personelin, cihaz bilgisi ve eğitimine bakılır. Eğitim diğer laboratuvar çalışanları tarafından verilmiş ise eğitim prosedürlerine bakılır ve eğitim sırasında yapılan analizlere ait ham veri kayıtları istenir.
- Eğer cihazın distribütör firması tarafından eğitim verilmiş ise firma tarafından verilmiş olan eğitim belgesi istenir. Laboratuvardan ayrıca bu konuda iç eğitim talep edilmez. Yetkilendirilecek personelin tüm metot doğrulama/ geçerli kılma (verifikasyon/ Validasyon) çalışmaları ile kalite kontrol çalışmalarına katılmış olması beklenir.
- Laboratuvar sorumlusunun yakıtların özellikleri konusunda bilgi sahibi olması gerekir.
- Kükürt Analizörü, Kalorimetre, Termogravimetrik Analizör Cihazları v.b cihazların ortam şartlarının uygunluğu kontrol edilir. Uygun sıcaklık değeri 22 ± 5 °C dir.(Analiz Metotları ve Cihaz Kullanım kitabı dikkate alınarak belirlenmeli) Ortam sıcaklığı data loger ile olabildiği gibi termometreyle de takip edilebilir.
- Numune kırma ve Öğütme işlemleri cihazdan farklı bir numune ön işlem biriminde yapılmalıdır. Ön işlemlerin yapıldığı ortam şartlarının (ortamda ki tozun dışarı atılması için davlumbaz, havalandırma, klima, v.b.) uygunluğu kontrol edilir. Ön işlem ortam sıcaklık değeri 22 ± 5 °C dir.(Analiz Metotları ve Cihaz Kullanım kitabı dikkate alınarak belirlenmeli) Ortam sıcaklığı data loger ile olabildiği gibi termometreyle de takip edilebilir.
- Cihaz kullanım talimatı, analiz talimatı istenir. Analiz talimatı, laboratuvarın yetkisinde olan tüm kapsam ve parametreleri içerecek şekilde hazırlanmış olmalıdır ve talimata uygun olarak, çalışıldığı kontrol edilir. Talimatın metodun çevirisi şeklinde değil, uygulamayı yansıtacak şekilde olması gerekir.
- Başvurulan tüm kapsam ve parametrede, doğrulama/geçerli kılma (validasyon/verifikasyon) çalışmalarının olup olmadığı tek tek kontrol edilmelidir. Tüm metot doğrulama/ geçerli kılma çalışmaları, kalite kontrol grafikleri ve ölçüm belirsizliği hesaplarının bulunduğu elektronik ortam kayıtları, analiz ham verileri/ cihaz çıktılarının kontrolü yapılır. Bu uygulamanın ne şekilde yürütüleceği ilgili dokümanda (Prosedür/ Talimat) tanımlı olmalıdır. İlgili doküman kontrol edilir.
- Yakıt analizlerinde kullanılan cihazların, belirtilen plana uygun olarak, temsilci firması tarafından performans/kalibrasyon testlerinin periyodik olarak yapılıp yapılmadığı kontrol edilir. (Kalite kontrol çalışmaları uygunsa, cihaz performans ve kalibrasyonlarının her yıl yaptırılması zorunlu tutulmaz. İki veya üç yılda bir yaptırılması da uygun olabilir. Cihazların yetkili firma tarafından yapılan bakım onarım kayıtları incelenir. Ancak yetkili firma tarafından yapılan bakım onarım sonrası, cihaz performans kontrolü yaptırılmış ve raporlanmış olmalıdır.)

ANALİZ ÖNCESİ VE ANALİZ ANINDA

- Numune hazırlanan ön işlem bölümünde cihazların temizliği için, tozu tamamen temizleyecek makinalar (örn: sanayi tipi elektrik süpürgesi) kullanılmalıdır.

- Numune hazırlama ön işlem bölümünde çalışan personel, laboratuvarında ve sahada güvenliği için uygun giysi, maske, eldiven, iş gözlüğü gibi kişisel koruyucu donanımlara sahip olmalıdır.
- Kullanılan tüp çevre şartları açısından zincirlenerek sabitlenmiş ya da dışarıda özel kabinin içinde sabitlenmiş olmalıdır.
- Laboratuvarında aynı cihazdan birden fazla olması durumunda tüm cihazlarda doğrulama/geçerli kılma çalışması yapılmalıdır.
- Üst ısıl analizinde asit düzeltmeleri titrimetrik metot ile yapılmalıdır.
- Ön işlemde kullanılan terazi virgülden sonra en az 2 haneli olmalıdır

METOT DOĞRULAMA (verifikasyon) RAPORLARI (Standart bir metodu doğrulama)
Yapılması gereken çalışmalar:
Tekrarlanabilirlik
Tekrarüretilebilirlik

METOT DOĞRULAMA / METOT GEÇERLİ KILMA RAPORLARININ İÇERİĞİ

- Kalite sisteminin tanımlı bir dokümanı olmalıdır;
- Analiz tarihlerini, metot bilgisini (son basım olmalıdır) ve çalışmaya katılan personel adlarını içermelidir;
- Teorik bilgileri ve yapılan çalışmanın ne olduğu ile ilgili kısa açıklamaları içermelidir.
- Analizler hakkında ilgili talimatlara atıfta bulunmalıdır.
- Personelin analiz verilerindeki uyumu ile ilgili değerlendirmeler, istatistiksel hesaplama dayandırılmalıdır. (F testi (iki personelin standart sapmalarının karşılaştırılması), t testi (analiz personelinin sonucunun Referans madde/Ortalama değer ile değerlendirilmesi), anova (ikiden fazla personelin sonuçlarının değerlendirilmesi vb.)
- Tekrarlanabilirlik/ tekrar üretilirlik çalışmaları yapılmalıdır. Kükürt Analizinde tekrarlanabilirlik/ tekrar üretilirlik çalışmaları düşük ve yüksek derişimlerde olmalıdır. Yetkili olan her personel, düşük ve yüksek noktalarda en az 7 tekrarlı çalışma yapılmalıdır.

KALİTE KONTROL ÇALIŞMALARI

- Laboratuvar, her numune setinin analizinden önce, Sertifikalı Referans Malzeme (SRM) ve /veya İç Kalite Kontrol Numunesi (İKN) ile doğrulama yapar.
- Laboratuvar, İç Kalite Kontrol Numunesi (İKN) üretebilir. İç Kalite Kontrol Numunesi homojenliği sağlanmış, analizde sorumlu her personelin çalışmasından elde edilmiş en az 14 tekrarüretilebilirlik verisiyle atanmış değere sahip bir numunedir. Yapılan çalışmalar sırasında İKN nin atanmış değeri, SRM kullanılarak kontrol edilir. İKN nin tekrarüretilebilirlik çalışması sırasında elde edilen verileri ile uyarı limiti ($\pm 2s$) tayin edilir. Laboratuvar her numune setinin analizinden önce, İKN ile yaptığı doğrulama değerini, uyarı limitiyle kontrol eder, kayıt altına alır, uygun olması durumunda analize başlar.

- SRM ile de ayda bir kontrol yapılır ve analiz sonucu kalite kontrol grafiğine işlenir
- Mümkün olduğu durumda kalite kontrol değeri, ilgili Yönetmelik sınır değerleri baz alınarak belirlenmelidir.
- Sadece Laboratuvar müdürü veya kalite yöneticisi değil, analiz personeli de , yaptığı kalite kontrol çalışmasının verisini kalite kontrol grafiğine işlemelidir ve grafiğin yorumlanması hakkında bilgili olmalıdır.
- Laboratuvarın kullandığı sertifikalı referans malzeme kullanım miktarlarına bakılır, yapılan analize göre kullanılan kimyasal tüketimi birbiri ile örtüşmelidir. Burada laboratuvara alınan kimyasalların fatura kontrolü yapılarak kullanım miktarlarına ulaşılır.

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ ÇALIŞMALARI

Ölçüm Belirsizliği Raporu Kalite Sisteminde tanımlı bir doküman olmalıdır ve aşağıda yer alan bilgileri içerir.

- Analiz tarihleri, metot bilgisi ve çalışmaya katılan personel bilgisi,
- Sonuca etkisi olan belirsizlik kaynakları:
 - ✓ Büret belirsizliği,
 - ✓ Teraziler,
 - ✓ Tekrarlanabilirlik, Tekrar üretilebilirlik belirsizliği,
 - ✓ Kükürt analizi için kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik, (Kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik değeri, Tekrarlanabilirlik, Tekrar üretilebilirlik belirsizliklerinden daha düşük olmalıdır.)
- Bu kaynaklardan gelen belirsizlikler kontrol edilir. En önemli belirsizlik kaynağı tekrarlanabilirlik, tekrar üretilebilirlik verilerinden gelir.
- Toplam Belirsizliğe etkisi küçük/az olan belirsizlikler (büret belirsizliği, terazi vb.), sonucu etkilemeyeceğinden, ihmal edilebilir; ancak Laboratuvar, ihmal ettiği bu belirsizlikleri bir dokümanında göstermeli, kayıt altına almalıdır.
- Hesaplanan belirsizlik genişletilmiş ve relatif belirsizlik olarak gösterilmeli ve Belirsizlik değerinin Analiz Raporlarında nasıl ifade edileceği de tanımlanmalıdır.

Laboratuvarın, analiz sonucunu relatif belirsizlik olarak vermesi daha uygundur.

Örnek:

$$\text{SONUÇ} = X \pm \text{GB} \text{ ya da} \\ = X \pm X * \text{RB}$$

$$\text{Örn: } 0,5 \pm 0,012 \text{ yada } 0,5 \pm 0,5 * 2,43 / 100 \text{ gibi}$$

Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.

Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.

Planlı Veya Ani Denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanları verilir.

NUMUNE KABUL VE RAPORLAMA UYGULAMALARI

- Personelin Numune Kabul ve Raporlamadaki yetki listesi istenir ve görevli personelin listede yetkilendirilmiş olup olmadığı sorgulanır. Numune kabul ve raporlama personelinin yedeği olmalıdır.
- Laboratuvar, numune kaydını barkod sistemli yazılım üzerinden yapar. Barkod Sisteminde, barkod okutucu cihazın kullanılması zorunlu değildir.
- Numuneye verilen “kod” ile numunenin geldiği yerin, analizi yapan personel tarafından bilinmesi engellenir.
- Numune kayıtlarından örnekleme yapılarak, Laboratuvarın raporlamaya kadar olan izlenebilirlik süreci kontrol edilir. Bunun için, numune kayıt sisteminden seçilen bir numuneye ait tutanak, ham veriler ve analiz raporu incelenir.
- Numunenin analiz ücreti sorgulanır, asgari fiyat tarifesi ile uyumuna bakılır.
- Laboratuvar Bakanlıkça yetkilendirilmiş, denetim yetki devri yapılmış veya kendi mevzuatında numune alma yetkisi olan kurum/kuruluş, laboratuvar ve kişiler tarafından alınan numunelerin ölçüm/analizlerini Çevre Mevzuatı kapsamında izin, lisans, iç izleme ve denetime tabi resmi amaçlarda kullanılmak üzere raporlayabilir. Bu Raporlarda Bakanlık logosu kullanılır. Bu raporlar hukuki işlemlerde delil olarak kullanılabilir ve raporda aksini belirten ifadeler kullanılamaz.
- Laboratuvar, Bakanlıkça yetkilendirilmemiş, denetim yetki devri yapılmamış veya kendi mevzuatında numune alma yetkisi olmayan kurum/kuruluş, laboratuvar ve kişiler tarafından alınan numunelerin ölçüm/analizlerini **özel numune** olarak yapabilir; ancak bu numunenin analiz sonuçlarını Çevre Mevzuatı kapsamında izin, lisans, iç izleme ve denetim amaçlı resmi işlemlerde kullanılmak üzere raporlayamaz. Bu numunelerin analiz raporlarının tüm sayfalarında, **“Bu rapor çevre mevzuatına ilişkin resmi işlemlerde kullanılamaz.”** ibaresinin açıkça okunabilir yazılması ve Bakanlık logosunun kullanılmaması gerekir.
- Laboratuvarın yetkili olmadığı bir parametreye ait ölçüm, analiz ve hesaplama sonuçları hiçbir şekilde çevre mevzuatına esas teşkil edecek raporlarda yer alamaz.
- Çevre mevzuatı kapsamında her türlü izin, lisans, iç izleme ve denetime esas teşkil edecek ölçüm ve analiz raporlarında, Numune kabul aşamasında aşağıdaki şartlar sağlanıp sağlanmadığı kontrol edilir.
 - ✓ Numune, numune alma yetkisine sahip bir kurum/kuruluş tarafından alınmış olmalıdır.
 - ✓ İç izlemeler hariç olmak üzere, numunenin mühürlenmiş olması gerekir.
 - ✓ Numune kabına ve orijinal mührüne müdahale edilmemiş veya değiştirilmemiş olmalıdır.
 - ✓ Numuneye ait evrakta veya tutanakta herhangi bir tahrifat yapıldığına dair bir bulgunun tespit edilmemesi gerekir.
- Şayet Raporda işbirliği laboratuvarın analiz sonucu yer alıyorsa: Laboratuvarın işbirliği yaptığı laboratuvarla olan sözleşmesine bakılır.

(Web sitesinin 14.04,2014 tarihi “Duyurusu”: Laboratuvar, en fazla beş Laboratuvarla laboratuvarlar arası işbirliği yapabilir; Laboratuvarın bir kapsamda işbirliği yapacağı toplam metot sayısı, o kapsamdaki kendi yetkilendirildiği toplam metot sayısından fazla olmamalıdır.)

Baca Gazında PCDD/Fs Analizi İçin Laboratuvarının Uyacağı Şartları

- 1-Laboratuvar ortam sıcaklığı 23±2 derecede tutulacaktır.
- 2-Önişlem ve Cihaz Odası ayrı bölmeler halinde teşkil edilecek ortam havalandırması günde en az 8 kez tam havalandırma yapabilecek şekilde sağlanacaktır.
- 3-Laboratuvara hijyen statü sağlanacak(toz, elektronik-elektromanyetik tedbir). Giriş- çıkışlar kontrollü ve kayıtlı olacaktır (aylık olarak kayıtlar saklanacak).
- 4-Azot altında uçurma sağlayabilmek için sürekli azot üretici bulunacak ve bunun saflığı en az LC/MS grade olacaktır.
- 5-En az 1 büyük çeker ocak (en az 220x240 cm) önişlemde yer alacaktır.
- 6-Solventler için mutlaka ayrı ayrı organiklere uygun dispenser, her bir standart için yedekli uygun hacimlerde şırınga, azot altında uçurma düzeneği (su banyolu ve ısıtma bloklu) bulunmalıdır.
- 7-Laboratuvarda aynı anda en az 30 örnekleme yapabilecek sayıda sarf malzeme her an hazır bulundurulmalı, aynı anda en az 30 numune hazırlayabilecek sayıda sarf malzeme (evaporator tüpü, balon, erlen, pipet) bulundurulmalıdır.
- 8-Mutlaka dibi özel dizayn konik geri kazanım vialler kullanılacaktır.
- 9-En az 2 adet yedek GC kolonu, en az 1 adet yedek source olmalıdır.
- 10-Cihazın elektrik kesintilerinden etkilenmemesi için mutlaka diğer sistemlerden bağımsız en az 1 saat besleyecek kapasitede kesintisiz güç kaynağına acil buton ile donatılmış birer sisteme bağlı olarak dizayn edilmelidir.
- 11-Yapılan ekstraksiyonlarda ve temizleme işlemlerinden ortaya çıkacak her türlü atık tehlikeli etiketi ile bertaraf edilecektir.
- 12-1 adet bağımsız buzdolabı, 1 adet güvenlik havalandırmalı kimyasal dolabı bulundurulmalıdır.
- 13-1 adet 6 li su banyolu azot altında uçurma sistemi
- 14-1 adet 12 li ısıtma bloklu 2 ml vial azot altında uçurma sistemi
- 15- 1 adet harici MS grade azot jeneratorü
- 16-En az 3 adet masa üstü emiş kolları
- 17-1 adet büyük boy çeker ocak
- 18- 2 adet ultrasonik banyo
- 19- 1 adet dijital elektronik dokunmasız hassas terazi
- 20- Kapı altı toz bantları(günlük değişecek)
- 21-Yangın söndürücü
- 22- 1 adet kaçak testi argon tüpü
- 23-Bağımsız dizayn edilmiş analiz ve önişlem odası (aynı bölümde) sadece çalışanlara tanımlı şifreli giriş sistemi yapılmalıdır.
- 24-Gaz bağlantıları (helyum, azot gibi) mutlaka kaynaksız çelik boru ile yapılmalıdır.

Cihaz Kalibrasyonu ve Numune Hazırlama

1-Analitik için (CS1-CS5) Kalibrasyon sıklığı ayda 1 olarak uygulanacak

2-Her okuma öncesi CS₃ ile kalibrasyon kontrol yapılacak ve bu okuma her 20 numunede bir tekrarlanacaktır.

3-Her bir baca gazı seti için(saha blank'ı+3 numune) haricinde mutlaka laboratuvar blank okuması yapılacaktır.

Not: Laboratuvar Blank'ı örnekleme setini hazırlayan laboratuvar tarafından yapılır.

4-Örnekleme hücreleri tam doldurulmuş olacak ve mutlaka sampling standartları ilave edilecektir.

(EDF-4138-10 1:5 seyreltilmiş standarttan 200 µL)

5-Örnek tüpleri hazırlanırken her bir tüpe 200 µL(4000-8000 pg) miktarda Sampling Standarts ¹³C₁₂ (EDF-4138) uygulanacaktır.

6-Ekstraksiyon için her bir örnek için 200µL(2000-4000 pg) Extraction Standarts ¹³C₁₂ (EDF-4139) uygulanacaktır.

7-Enjeksiyon öncesinde her bir örnek için 30 µL Syringe Standarts-¹³C₁₂ (ED-4140) uygulanacaktır.

8-Her analiz öncesi PFK ile auto tune veya manuel tune yapılacak ve kütle kalibrasyon kayıtları ile birlikte basılı kopya olarak arşivlenecektir.

9-XAD_2 reçineler en fazla 1(bir) kere kullanılacak.

10-Temiz XAD-2 alımına özen gösterilecek. Alınmaması halinde ise temizlenmemiş XAD-2'ye mutlaka temizleme prosedürleri uygulanacak. Uygulanan işleme ilişkin kayıt tutulacaktır.(XAD-2 miktarı, solvent miktarı, temizleme zamanı, temizlemeyi yapan)

11-Kullanılan solvent ve kimyasallar en az pestisit grade veya GC/MS grade olacak.

12-Kimyasal Madde, Kimyasal Standart, CRM satın almaları ilişkin fatura ve gümrük kayıtları faaliyet raporları olarak Bakanlığa bildirilecektir.

13-İlave edilecek ¹³C₁₂ miktarları ve seyreltmeleri aşağıdaki tabloda olduğu gibi uygulanacak, mutlaka ekstraksiyon sıvısının yarısı arşiv olarak istenildiğinde Bakanlığa gönderilecek şekilde saklanacaktır.

| Sampling Standarts- ¹³ C ₁₂ | Orig.Conc. (pg/µL) | Dilution Factor | Concentration (pg/µL) | Spike Volume (µL) | Amount (pg) |
|---|--------------------|-----------------|-----------------------|-------------------|-------------|
| EDF-4138-10 | | | | | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF | 100 | 1:5(1+4) | 20 | 200 | 4000 |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF | 100 | 1:5(1+4) | 20 | 200 | 4000 |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF | 200 | 1:5(1+4) | 40 | 200 | 8000 |
| Extraction Standarts-¹³C₁₂ | | | | | |
| EDF-4139-10 | | | | | |
| ¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDD | 100 | 1:10(1+9) | 10 | 200 | 2000 |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD | 100 | 1:10(1+9) | 10 | 200 | 2000 |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD | 100 | 1:10(1+9) | 10 | 200 | 2000 |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD | 100 | 1:10(1+9) | 10 | 200 | 2000 |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD | 200 | 1:10(1+9) | 20 | 200 | 4000 |
| ¹³ C ₁₂ -OCDD | 200 | 1:10(1+9) | 20 | 200 | 4000 |
| ¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDF | 100 | 1:10(1+9) | 10 | 200 | 2000 |
| ¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF | 100 | 1:10(1+9) | 10 | 200 | 2000 |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF | 100 | 1:10(1+9) | 10 | 200 | 2000 |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF | 100 | 1:10(1+9) | 10 | 200 | 2000 |
| ¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF | 100 | 1:10(1+9) | 10 | 200 | 2000 |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF | 200 | 1:10(1+9) | 20 | 200 | 4000 |
| ¹³ C ₁₂ -OCDF | 200 | 1:10(1+9) | 20 | 200 | 4000 |
| Syringe Standarts-¹³C₁₂ | | | | | |
| ED-4140 | | | | | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TCDD | 400 | 1:5(1+4) | 80 | 30 | 2400 |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD | 400 | 1:5(1+4) | 80 | 30 | 2400 |

14-Örneklerin aktarılması, yıkanması, enjekte edilmesi işlemlerinden önce en az 5 yıkama yapılacak ve her yıkama sonunda ultrasonik ekstraksiyon işlemi yapılacaktır.

15-Otomatik ekstraksiyon ve otomatik temizleme işlemleri uygulanacak olmaması durumunda yapılacak temizleme işlemleri için hazır şartlandırılmış kolonlar kullanılacaktır.

16-Her bir deney için numune hazırlama sırasında uygulanan IS, ekstraksiyon ve temizleme işlemleri adım adım kayıt altına alınacaktır.

17-Numuneyi alan her bir personel Bakanlıktan eğitim sertifikası ve numune alma kimlik kartına sahip olacaktır.

18- Her laboratuvar örnek hazırlama işlemi için QC, blank ve numunelere uygulanan işlemleri adım adım kayıt altına alacaktır.

RAPOR FORMATI (ORNEK)

| PCDD/F | I-TEF | WHO TEF | Amount (pg) | I-TEQ (pg) | WHO TEQ (pg) | % Contrubution to Total PCDD/F TEQ | |
|-----------------------------|-------|---------|------------------|----------------|----------------|------------------------------------|-------|
| | | | | | | NATO | WHO |
| 2,3,7,8-TCDF* | 0.1 | 0.1 | 293 | 29.3000 | 29.3000 | 33.55 | 35.48 |
| 1,2,3,7,8-PeCDF* | 0.05 | 0.03 | 258 | 12.9000 | 7.7400 | 14.77 | 9.37 |
| 2,3,4,7,8-PeCDF* | 0.5 | 0.3 | 16.4 | 8.2000 | 4.9200 | 9.39 | 5.96 |
| 1,2,3,4,7,8-HxCDF* | 0.1 | 0.1 | 259 | 25.9000 | 25.9000 | 29.66 | 31.36 |
| 1,2,3,6,7,8-HxCDF* | 0.1 | 0.1 | 0.0197 | 0.0020 | 0.0020 | 0.01 | 0.01 |
| 1,2,3,7,8,9-HxCDF* | 0.1 | 0.1 | 10.2 | 1.0200 | 1.0200 | 1.17 | 1.24 |
| 2,3,4,6,7,8-HxCDF* | 0.1 | 0.1 | 7.01 | 0.7010 | 0.7010 | 0.80 | 0.85 |
| 1,2,3,4,6,7,8-HpCDF* | 0.01 | 0.01 | 147 | 1.4700 | 1.4700 | 1.68 | 1.78 |
| 1,2,3,4,7,8,9-HpCDF* | 0.01 | 0.01 | 5.44 | 0.0544 | 0.0544 | 0.06 | 0.07 |
| OCDF* | 0.001 | 0.0003 | 79.8 | 0.0798 | 0.0239 | 0.09 | 0.03 |
| 2,3,7,8-TCDD* | 1 | 1 | 1.87 | 1.8700 | 1.8700 | 2.14 | 2.26 |
| 1,2,3,7,8-PeCDD* | 0.5 | 1 | 7.54 | 3.7700 | 7.5400 | 4.32 | 9.13 |
| 1,2,3,4,7,8-HxCDD* | 0.1 | 0.1 | 6.01 | 0.6010 | 0.6010 | 0.69 | 0.73 |
| 1,2,3,6,7,8-HxCDD* | 0.1 | 0.1 | 7.03 | 0.7030 | 0.7030 | 0.81 | 0.85 |
| 1,2,3,7,8,9-HxCDD* | 0.1 | 0.1 | 6.85 | 0.6850 | 0.6850 | 0.78 | 0.83 |
| 1,2,3,4,6,7,8-HpCDD* | 0.01 | 0.01 | 5.58 | 0.0558 | 0.0558 | 0.06 | 0.07 |
| OCDD* | 0.001 | 0.0003 | 9.78 | 0.0098 | 0.0029 | 0.01 | 0.00 |
| Toplam PCDD/F (pg) * | | | 1120.5297 | | | | |
| Toplam PCDF (pg) * | | | 44.6600 | | | | |
| Toplam PCDD (pg) * | | | 1075.8697 | | | | |
| Toplam TEQ (pg) | | | | 87.3218 | 82.5890 | | |
| Toplam TEQ (ng) | | | | 0.0873 | 0.0826 | | |

19- Rapor eklerinde aşağıda olduğu gibi geri kazanım için kriter tanımlanacak olup (ölçümü yapılan recovery%) miktarları rapora yazılacaktır. Bu değerler, sağlanmadığı takdirde analiz tekrarlanacaktır. Kullanılan standart miktarı kayıt altına alınacaktır.

| Sampling Standarts-¹³C₁₂ EDF-4138-10 | Geri Kazanım Kabul Kriteri % | Hesaplanan Recovery % |
|---|---|------------------------------|
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF | 50-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF | 50-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF | 50-120 | |
| Extraction Standarts-¹³C₁₂ EDF-4139-10 | Geri Kazanım Kabul Kriteri % | Hesaplanan Recovery % |
| ¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDD | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -OCDD | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDF | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF | 40-120 | |
| ¹³ C ₁₂ -OCDF | 40-120 | |

Bakanlığımız tarafından Dioksin-Furan parametresinde sadece baca gazı örneklerinde yetki verilecektir.

Not: PCDD/Fs Numunelerinin analizi için bakanlıkla ayrıca sözleşme yapılmasına gerek yoktur.

Bu durumların uygun olmaması halinde UYGUNSUZLUK açılır.

Belge Başvurusunda veya Kapsam Genişletmelerde bu uygunsuzluklar için Düzeltici Faaliyet istenir.

Planlı Veya Ani Denetimlerde ise Yönetmelik Ek 6 da yer alan ceza puanları verilir.