I. ULAG

1. ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ SEMPOZYUMU VE SERGİSİ

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ DAVUTPAŞA KAMPÜSÜ

2010 AVRUPA KÜLTÜR BAŞKENTİ KONGRE VE KÜLTÜR MERKEZİ



SÖZEL BİLDİRİ SUNUMLARI

TMMOB KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI

16-18 MAYIS 2013

İSTANBUL KİMYEVİ MADDELER VE MAMULLERİ İHRACATÇILAR BİRLİĞİ (İKMİB)

1991 yılında kurulan İKMİB, ülkemizin kimyevi maddeler ve mamulleri sektöründe faaliyet gösteren firmalarına ihtiyaç duydukları konularda eğitim ve bilgi desteği sağlamak, uluslararası pazarlama ve tanıtım faaliyetlerine katkıda bulunmak ve dolayısıyla rekabet edebilirlik düzeylerini artırmak için çalışmalar yürütmek misyonuyla kurulmuştur.

- Plastikler ve Mamulleri
- Mineral Yakıtlar ve Yağlar
- Sabunlar - Deterjanlar
- Anorganik Kimyasallar
- Eczacılık Ürünleri
- Organik Kimyasallar
- Boyalar, Pigmentler ve Diğer Boyayıcı Maddeler
- Uçucu Yağlar, Parfümeri, Kozmetikler - Tuvalet Müstahzarları
- Kauçuk ve Kauçuk Eşya
- Gübreler
- Diğer Ürünler (Tarım İlaçları, Tekstil Yardımcı Maddeleri, Yağ Asitleri, Yapıştırıcılar)

sektörlerinde faaliyet gösteren 5.500'den fazla üyesiyle İKMİB, 2023 yılında 50 milyar dolar olarak belirlenen Türkiye kimya sektörü ihracat hedefine ulaşmak ve ülkemizin iktisadi büyümesi ve refahına katkıda bulunmak üzere, üye ihracatçılarına desteğini artırarak sürdürecektir.

Ayrıntılı bilgi için:
Tel: +90 212 454 00 00 | Fax: +90 212 454 00 01
ikmib@ikmib.org.tr | www.immib.org.tr

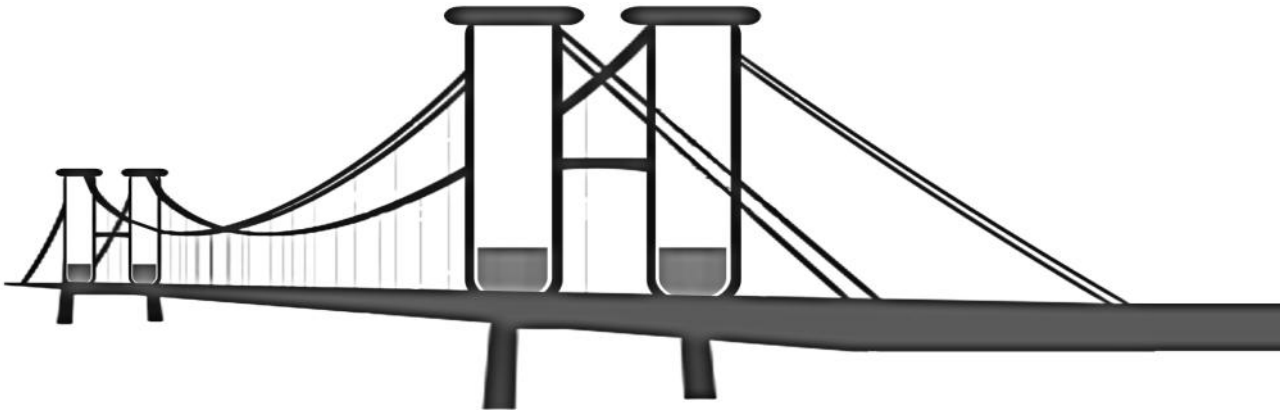
İKMİB İstanbul Kimyevi Maddeler ve Mamulleri İhracatçıları Birliği
İstanbul Chemicals and Chemical Products Exporters' Association

I. ULAG

1. ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ SEMPOZYUMU VE SERGİSİ

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ DAVUTPAŞA KAMPÜSÜ

2010 AVRUPA KÜLTÜR BAŞKENTİ KONGRE VE KÜLTÜR MERKEZİ



SÖZEL BİLDİRİ SUNUMLARI

PLATİN SPONSOR

İKMİB İstanbul Kimyevi Maddeler ve Mamulleri İhracatçıları Birliği

DESTEKLEYEN KURULUŞLAR

TÜRKAK · TÜBİTAK UME · TMMOB Çevre Mühendisleri Odası · TÜBİTAK MAM · turklab Kalibrasyon ve Deney Laboratuvarları Derneği

TMMOB KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI İSTANBUL ŞUBESİ

Caferağa Mah. Neşet Ömer Sok. NO:20/2 Kadıköy 34710 İSTANBUL

Tel:+90 216 449 37 10-11-12 Fax: +90 216 449 37 13

GSM:+90 533 486 55 49 e-posta:kmoistanbulsb@kmo.org.tr

HAKKIMIZDA

❖

Türk Mühendis ve Mimar Odaları Birliği (TMMOB) 7303 sayılı Yasa, 66 ve 85 sayılı Kanun Hükmünde Kararnamelerle değişik 6235 sayılı Yasayla 1954 yılında kurulmuştur. Kuruluşunda bulunan ilk odalardan birisi olan Kimya Mühendisleri Odası çalışmalarını kamu yararı gözeterek sürdürmektedir. Kimya Mühendisliği ve Biyomühendislik mesleklerinin gelişmesini, mesleklerin ülke, toplum ve üyelerinin yararları doğrultusunda uygulanması ve geliştirilmesini, üyelerinin özlük haklarının korunmasını, emeklerinin değerlendirilmesini, mesleki birikimlerinin geliştirilmesini hedefler.

Kimya Mühendisleri Odası kamu kurumu niteliğinde bir meslek kuruluşudur. Tavrını her zaman bilimden, akıldan, emek ve emekçiden yana almaktadır. Ülkenin sosyal, ekonomik, kültürel ve teknolojik kalkınması yönünde çalışmalarını sürdürür.

Kimya Mühendisleri Odası Merkezi Ankara'da olmak üzere; İstanbul, Ankara, Bursa, Denizli, Kocaeli, Samsun, Ege Bölge, Güney Bölge, ve Trakya Bölge Şubelerinden; Eskişehir, Trabzon, Güneydoğu Anadolu Bölge Temsilciliklerinden ve 33 İl Temsilciliğinden oluşmaktadır. Örgütlü bulunduğu il ve bölgelerde meslektaşlarını ve sektör bileşenlerini bir araya getirmek için sempozyumlar/kongreler, bilgi birikimini toplumun tüm kesimleriyle paylaşabilmek için paneller ve çalıştaylar düzenler. : KMO şubeleri bu etkinlikleri tek başlarına organize ettikleri gibi, zaman zaman da, konuyla ilgili diğer oda, üniversite ve sektör bileşenleriyle işbirliği içerisinde düzenlemektedirler. Odamızın düzenlediği etkinliklerden bazıları şu şekilde sıralanabilir: Uluslararası Boya ve Yardımcı Maddeler Sanayi Fuarı, Uluslararası Yüzey İşlemleri Sempozyumu, Uluslararası Ambalaj Kongre ve Sergisi, Tekstil Sempozyumu, Ulusal Bağcılık ve Şarap Sempozyumu, Uluslararası Endüstriyel Su Teknolojileri Sempozyumu ve Fuarı, Uluslararası Polimerik Kompozitler Sempozyumu Sergisi ve Çalıştayı, Tehlikeli Kimyasalların Yönetimi Sempozyumu, Uluslararası Madeni Yağlar Sempozyumu ve Sergisi, Yüzey Aktif Maddeler, Sabun ve Deterjan Sempozyumu, Sorumlu Müdürlük/Yöneticilik Sempozyumu vb.

Kimya Mühendisleri Odası, sempozyum/panel/çalıştay ve kongre dışında ayrıca mesleki eğitimler düzenlemektedir. LPG Sorumlu Müdürlük Eğitimi, GBF Hazırlayıcısı Eğitimi, Bilirkişi Eğitimi, İşçi Sağlığı ve Güvenliği Eğitimi, Atık Yönetimi Eğitimi, Havuz Suyu Operatörlüğü Eğitimi vb. bunlardan bazılarıdır.

Kimya Mühendisleri Odası demokratik yönetim anlayışıyla, üyeleri ve öğrencilerinden güç alan bir kurum olarak çalışmalarını sürdürmektedir. Kimya Mühendisleri ve Biyomühendislerin meslek örgütü olarak bizler, rekabetin değil dayanışmanın gücüne inandığımız, mesleklerimizi bilimin ve aklın ışığında, toplum için icra ettiğimiz ve bir arada olduğumuz sürece hem ülkemizin gelişeceğine, hem de biz teknik elemanların güçleneceğine inanıyoruz.

KMO; Kimya Mühendislerinin ve Biyomühendislerin tek yasal mesleki kuruluşu olarak üyelerinin hak ve çıkarlarının temsilcisi, meslek alanında ulusal çıkarların uzman sesi olmaya devam e decektir.

TMMOB Kimya Mühendisleri Odası İstanbul Şubesi

SEMPOZYUM DÜZENLEME KURULU

❖

Taylan ÇORUH	***DÜZENLEME KURULU BAŞKANI***
Asuman TANÖZ	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Atakan BAŞTÜRK	*TÜRKAK BAŞ DENETÇİ*
Beril AKAYDIN	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Didar YEŞİLBAŞ	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Doğan HALİS	*BİLİM LABORATUVARI*
Ercan ZİNCİR	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Eyüp EREN	*TÜRKİYE BETON LABORATUVARI*
FIRATLI İNAL	*LABORATUVAR DANIŞMANI*
Haşmet CAMCI	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Hatice AVCI	*AEM ÇEVRE LABORATUVARI*
Hatice ERGÜVEN	*REDO ANALYZER GIDA LABORATUVARI*
Hayat BOZKIR	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Hayrettin ÖZER, Dr.	*TÜBİTAK MAM*
Huriye KUMRAL	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
İbrahim AKDAĞ	*UZMAN LABORATUVAR AKREDİTASYON*
Lütfü AKIN	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Meryem KAYAN	*ÇEVRE MÜHENDİSLERİ ODASI*
Müslüm AKGÖZ, Doç. Dr.	*TÜBİTAK UME*
Nimet BALTA	*DOLUCA A.Ş.*
Onur GÖKULU	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Özgür ÖZTÜRK	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Özlem KİZİR	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Serap ÇETİN	*İNTERTEK TEST HİZMETLERİ A.Ş.*
Samim SANER, Dr.	*TURKLAB*
Suat GÜNEŞ	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Şükrü Eren IŞIK	*AIR ALAŞEHİR ANALYTIK LABORATUVARI*
Tolga TELLİBAYRAKTAR	*LTS GIDA KONTROL LABORATUVARI*
Ünsal ERCOŞKUN	*NANOLAB LABORATUVARI*

SEMPOZYUM BİLİMSEL VE TEKNİK DANIŞMA KURULU

❖

Hanifi SARAÇ, Prof. Dr.	***BİLİMSEL VE TEKNİK KURUL BAŞKANI***
A. Abdullah CEYHAN, Yrd. Doç. Dr.	*SELÇUK ÜNİVERSİTESİ*
A. Tuncer ERCİYES, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Ahmet Ceyhan GÖREN, Doç. Dr.	*TÜBİTAK UME*
Ahmet KAŞGÖZ, Prof. Dr.	*İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ*
Aslı Yüksel ÖZŞEN, Yrd. Doç. Dr.	*İZMİR YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ*
Atakan BAŞTÜRK	*TÜRKAK BAŞ DENETÇİ*
Atilla MURATHAN, Prof. Dr.	*GAZİ ÜNİVERSİTESİ*
Ayşe MURATHAN, Prof. Dr.	*GAZİ ÜNİVERSİTESİ*
Ayşegül AŞKIN, Prof. Dr.	*OSMANGAZİ ÜNİVERSİTESİ*
Belgin KARABACAKOĞLU, Yrd. Doç. Dr.	*OSMANGAZİ ÜNİVERSİTESİ*
Beraat ÖZÇELİK, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Can ERKEY, Prof. Dr.	*KOÇ ÜNİVERSİTESİ*
Canan URAZ, Yrd. Doç. Dr.	*EGE ÜNİVERSİTESİ*
Dilek KAZAN, Prof. Dr.	*MARMARA ÜNİVERSİTESİ*
Erol PEHLİVAN, Prof. Dr.	*SELÇUK ÜNİVERSİTESİ*
Eyüp SABAH, Prof. Dr.	*AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ*
F. Seniha GÜNER, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Gülay YASAN	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Günay KOCASOY, Prof. Dr.	*BOĞAZİÇİ ÜNİVERSİTESİ*
Gürseli ÖZDEMİR, Prof. Dr.	*EGE ÜNİVERSİTESİ*
Hale GÜRBÜZ, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Hasancan OKUTAN, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Hayrettin ÖZER, Dr.	*TÜBİTAK MAM*
Hayrettin YÜCEL, Prof. Dr.	*ORTA DOĞU TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*

Huriye KUMRAL	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Hülya Yavuz ERSAN, Doç. Dr.	*HACETTEPE ÜNİVERSİTESİ*
Hüseyin ÖZTÜRK, Prof. Dr.	*JEOLOJİ MÜHENDİSLERİ ODASI*
İbrahim AKDAĞ	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
İbrahim IŞILDAK, Prof. Dr.	*YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
İsmail KOYUNCU, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
İsmail TORÖZ, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Kadir ALP, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
M. A. Neşet KADIRGAN, Prof. Dr.	*MARMARA ÜNİVERSİTESİ*
Mehmet Ali GÜRKAYNAK, Prof. Dr.	*İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ*
Muhammet ARICI, Prof. Dr.	*YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Müjdat AYDIN	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Müslüm AKGÖZ, Doç. Dr.	*TÜBİTAK UME*
Nusret BULUTÇU, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Osman SAĞDIÇ, Doç. Dr.	*YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Özkan ŞENGÜL, Doç. Dr.	*İNŞAAT MÜHENDİSLERİ ODASI*
Pemra DORUKER, Prof. Dr.	*BOĞAZİÇİ ÜNİVERSİTESİ*
Perviz SAYAN, Prof. Dr.	*MARMARA ÜNİVERSİTESİ*
S. Ferda MUTLU, Doç. Dr.	*GAZİ ÜNİVERSİTESİ*
Sadriye KÜÇÜKBAYRAK, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Samim SANER, Dr.	*TURKLAB*
Serkan KÜÇÜK	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Sevgi GÜRCAN, Yrd. Doç. Dr.	*AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ*
Seza BAŞTUĞ, Prof. Dr.	*MARMARA ÜNİVERSİTESİ*
Süheyla UZMAN, Prof. Dr.	*YEDİTEPE ÜNİVERSİTESİ*
Taylan ÇORUH	*KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI*
Tuncer YALÇINYUVA, Doç. Dr.	*İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ*
Ülker BEKER, Prof. Dr.	*YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*
Veli DENİZ, Prof. Dr.	*KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ*
Yusuf MENCELOĞLU, Prof. Dr.	*SABANCI ÜNİVERSİTESİ*
Yüksel GÜVENİLİR, Prof. Dr.	*İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ*

TMMOB KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI

❖

Sayın Katılımcılar,

Kimya Mühendisleri Odası tarafından ilki düzenlenen Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi ile laboratuvar akreditasyonu ve güvenliği ile ilgili teknik bilgiler ve uygulamaların paylaşılması, alanda yaşanan sorunların ve eksikliklerin, konunun taraflarınca tartışılarak bunlara dair çözüm önerilerinin geliştirilmesi amaçlanmaktadır.

Laboratuvarlarda gerçekleştirilen ölçüm, analiz ve testlerin doğruluğu ve güvenilirliği, üretim süreçleri dolayısıyla da halk ve çevre sağlığı ve güvenliği açısından büyük önem taşımaktadır. Doğru ve güvenilir sonuçlara ulaşmak ise laboratuvarların kurulumundan başlayarak güvenli bir şekilde işletilmesi ile mümkün olmaktadır. Laboratuvarların ölçüm, analiz ve test faaliyetlerinin bu güvenilir ortamı yaratmak açısından iç ve dış denetimlerle belirli bir standart çerçevesinde yürütülmesi sağlanmak durumundadır. Bu çalışmalarda bazı sorunlarla karşılaşıldığı ise alandaki tarafların belirttiği bir gerçekliktir. Bu süreçte ortaya çıkan sorunlar, alanda yaşanan bilgi eksiklerinin giderilmesi ve aksaklıkların düzeltilmesi ile ortadan kalkacak, istenilen kriterlere daha çabuk ulaşılacaktır.

Bu sorunları yaşayan ilgili tarafları buluşturarak paylaşım ve tartışma ortamı yaratmak, dolayısıyla da çevre ve halk sağlığı ve güvenliği açısından, böylesine önemli bir alanın sorunlarına çözümler üretebilmek amacıyla çıktığımız bu yolda alanı doyuracak sonuçlar çıkması dileğimizle, sempozyumda emeği geçen Düzenleme Kurulu üyelerine, Bilimsel ve Teknik Danışma Kurulu üyelerine, oda emekçilerimize ve destekçi kurum-kuruluşlara sonsuz teşekkürlerimizi sunarız.

Haşmet CAMCI
Yönetim Kurulu Başkanı
TMMOB Kimya Mühendisleri Odası
İstanbul Şubesi Yönetim Kurulu a.

ÖNSÖZ

❖

Sayın Katılımcılar,

Bu sempozyum ile TS EN ISO/IEC 17025 uygulamalarında karşılaşılan problemlerin bilimsel bir platformda konunun uzmanları ve ilgili taraflarca masaya yatırılması ve ortak akıl kullanılarak standardın yoruma açık veya tartışmalı alanlarına çözüm yolları önerilmesi ve laboratuvar güvenliği konusunda farkındalığın yaratılması amaçlanmaktadır. Farklı teknik disiplinlerde faaliyet gösteren laboratuvarların kendi uğraş alanları ile ilgili çok sayıda sektör spesifik probleme bu sempozyum yardımı ile cevap aradığı tarafımızca bilinmektedir. Ancak, ilkini yaptığımız bu sempozyumda sektör spesifik konulara odaklanmaktan özellikle kaçınarak herkesi ilgilendiren ve TS EN ISO/IEC 17025 standardının uygulaması ile ilgili ortaklaşan ve laboratuvarlarla yapılan ön anketler sonucu belirlenen problemlere cevap aranmaya çalışılacaktır. Bu amaca uygun olarak gönderilen çok sayıda birbirinden değerli sunuma "spesifik olma" gerekçesi ile birincisini yaptığımız bu sempozyumda üzülerek yer verilememiştir. Ancak, gösterilen bu yoğun ilgi önümüzdeki yıllarda yapmayı düşündüğümüz ve sizlerin önerileri ve sempozyumdan elde edilecek geri besleme bilgileri doğrultusunda yapılacak ölçüm belirsizliği, metot validasyonu ve teyidi, kontrol kartları kullanımı gibi konu odaklı etkinlikler için bize cesaret vermektedir.

Sempozyum programındaki sıkışıklığa rağmen her günün sonuna geniş vakitli panel- forumlar konularak katılımcıların konu uzmanları ve akreditasyonla ilgili taraflarla bir araya getirilmesi, özgür tartışma ortamlarının oluşturulması ve böylece katılımcıların sempozyum programından en geniş şekilde yararlanması amaçlanmaktadır. Bu bağlamda sizlerin interaktif katılımlarını çok önemsiyor ve bekliyoruz.

Düzenleme Kurulu olarak bu sempozyumu düzenleyen TMMOB Kimya Mühendisleri Odası İstanbul Şubesine teşekkürlerimizi sunar, bu etkinliğin siz değerli katılımcılara umulan yararı getirmesi dileği ile hoş geldiniz deriz.

Saygılarımızla

B. Taylan ÇORUH
Düzenleme Kurulu Başkanı
Sempozyum Düzenleme Kurulu a.



LABORATUVARLARDA YÖNETİM SİSTEMİ

Atakan BAŞTÜRK

LABORATUVARLARDA YÖNETİM SİSTEMİ

Atakan BAŞTÜRK

1

KONU

Bu sunuşta; ulusal ekonomilerin bilimsel–teknik tabanını oluşturan önemli yapı taşlarından bir tanesi olan laboratuvarlarda kalitenin sağlanması için gereken yönetim sistemlerinin nitelikleri açıklanmaktadır.

2

KAPSAM

- Tanımlar
- Laboratuvar Yönetim Sistemlerinin Gelişimi
- Laboratuvar Yönetim Sisteminin Özellikleri
- ISO 17025 Standardının Prensipleri

3

Tanımlar

Yönetim Sistemlerine ilişkin terminoloji ve kavramların iyi anlaşılması ve doğru kullanılması gereklidir. Aksi halde ortaya çıkabilecek kavram kargaşası bu tür sistemlerin kurulumu ve işletiminde iletişim problemlerine ve verimsizliklere yol açabilir.

Örn: Aşağıdaki terimlerin birbirinden farkını ortaya koyacak şekilde net olarak açıklayabilirmiyiz?

- Kalite Güvencesi
- Kalite Yönetimi
- Kalite Yönetim Sistemi
- Yönetim Sistemi

4

Tanımlar

Kalite :

Ürünün/hizmetin, yasal veya ihtiyari olarak ortaya konulan ihtiyaç ve beklentileri karşılama derecesi.

Kalite Güvencesi:

Kalite yönetiminin, kalite gerekliliklerinin yerine getirilmesine dair güvence veren delilleri sağlayan kısmı.

Kalite Kontrol:

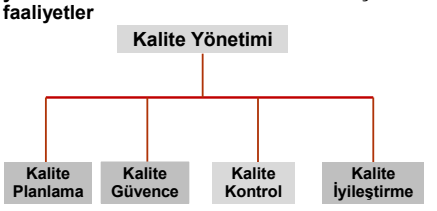
Kalite yönetiminin, kalite gerekliliklerinin yerine getirilmesine odaklanan kısmı.

5

Tanımlar

Kalite Yönetimi:

Bir kuruluşu kalitenin sağlanması doğrultusunda yönlendirmek ve kontrol etmek için koordineli faaliyetler



6

Tanımlar

Yönetim (management)

Bir kuruluşu yönlendirme ve kontrol amaçlı koordineli faaliyetler.

Sistem: Birbiriyle ilişkili olan ve birbirini etkileyen unsurların meydana getirdiği oluşum.

Yönetim Sistemi: Politika ve hedefleri tespit etmek, tespit edilmiş politikaları uygulamak ve hedefleri elde etmek için işletilen sistem.

7

Tanımlar

Kalite Yönetim Sistemi: Bir kuruluşun, kalitenin sağlanması doğrultusunda yönlendirilmesini ve kontrol edilmesini sağlayıcı nitelikte olan yönetim sistemi.

İş (business) Yönetim Sistemi:

Kuruluşun, hedeflerine ulaşmak için oluşturduğu ve işlettiği, birbiriyle ilişkili ve birbirini etkileyen iş prosesleri topluluğu.

İş Yönetim Prosesi: Kuruluşun misyon, vizyon ve genel stratejisini tayin etme ve hedeflerine ulaşmasını sağlamak için gerek duyulan prosesleri oluşturma prosesi (bir işletmenin en merkezi prosesi)

8

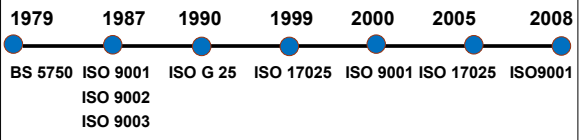
Laboratuvar Yönetim Sistemlerinin Gelişimi

Laboratuarlarda yönetim sistemlerinin kurulması yönündeki pratikler doğal olarak ISO 9000 Serisi standartların 1987 yılında yayımlanmasından sonra yaygınlaşmıştır.

Bundan daha önce laboratuarların denetlenmesi ve uygunluk belgesi verilmesi biçimindeki tatbikatlar, NATA (Avusturalya-1947), BCS (İngiltere-1966), NATLAS (İngiltere-1981) ve DKD (Almanya-1974) oluşumları tarafından yürütülmekte ve bu oluşumlar kendilerine özgü kriterler kullanarak denetim yapmaktaydılar.

9

Laboratuvar Yönetim Sistemlerinin Gelişimi



10

Laboratuvar Yönetim Sistemi Nitelikleri-1

Mahiyetleri gereği bilimsel ve teknik bir taban üzerinde faaliyet göstermek durumunda olan laboratuarlar günümüzde cari olan yönetim sistemleri ile hedeflerine erişecek şekilde işletilmelidir. Laboratuar yönetim sisteminin nitelikleri laboratuarların büyüklüğüne, çalışma konularına veya kamusal yahut özel kuruluş statüsüne göre önemli değişkenlik göstermez. Laboratuardaki yönetim sistemi temel olarak ISO 9001 Standardının ifade ettiği şartlara uygunluk göstermelidir.

11

Laboratuvar Yönetim Sistemi Nitelikleri-2

NE DEĞİLDİR?

- Yönetim sisteminin bir sertifika edinmek veya akredite olabilmek için oluşturulan bürokratik düzenlemelerin toplamı değildir.
- Yönetim sistemi, 'kalite yöneticisi' olarak atanmış personelin işletmekle sorumlu olduğu, doküman ve kayıt düzeni sağlamaya yarayan, günü geldiğinde iç ve dış denetimlerde sorgulanan bir enstruman değildir.

12

Laboratuvar Yönetim Sistemi Nitelikleri-3

NEDİR?

- Yönetim sistemi, müşteri / paydaş beklentilerine uygun politika ve hedefler belirlenmesini,
- belirlenmiş hedefleri gerçekleştirebilecek birbiri ile ilişkili proseslerin tasarlanmasını,
- proseslerin kaynak ihtiyaçlarının karşılanmasını,
- yönettiği proseslerin etkinlik ve verimliliğinin iyileştirilmesini temin eden ve laboratuvar çalışanlarının gündelik çalışmalarında benimseyip uydukları bir sistemdir.

13

Laboratuvar Yönetim Sistemi Nitelikleri-4

FONKSİYONLARI

1) Paydaşların/müşterilerin ihtiyaç ve beklentilerini belirlemek.
2) Beklentileri ve ihtiyaçları karşılayacak şekilde laboratuvarı motive etmek için politika, hedef ve uygun çalışma ortamı tesis etmek
3) Politikaları ve konulan hedefleri hayata geçirmek için prosesler tasarlamak, kaynak sağlamak, prosesleri ilişkilendirerek sistem halinde yürütmek
4) Proseslerin etkinliğini ve verimliliğini ölçmek
5) Kendisinin performansını değerlendirmek ve sürekli iyileşmesini sağlamak

14

Laboratuvar Yönetim Sistemi Nitelikleri-5

ISO 9000 PROSES YAKLAŞIMI ESAS ALINMALI

- Yönetim sisteminin işletilmesinden ortaya çıkan sonuçlara ve bu sonuçları ortaya çıkaran proseslere odaklanılmalıdır. Paydaş / müşteri beklentileriyle laboratuvarın hedefleri ve bu hedeflerle ilgili sonuçları üreten prosesler arasında bağlantı teşkil edilmelidir.
- Sadece belli faaliyet konuları ve işler için prosedür ve talimatlar yazmak , gerçekleştirilen işlemlerin kayıtlarını tutmak suretiyle doğru iş görülmesi garanti altına alınamaz. Yapılması gereken, istek ve beklentileri karşılamaya yeterli iş prosesleri yürütmektir.

15

Laboratuvar Yönetim Sistemi Nitelikleri-7

YÖNETİM SİSTEMİ ÇEVRİMİ

YANLIŞ



16

Laboratuvar Yönetim Sistemi Nitelikleri-6

YÖNETİM SİSTEMİ ÇEVRİMİ

DOĞRU



17

Laboratuvar Yönetim Sistemi Nitelikleri-8

LABORATUVARDA BİR TANE YÖNETİM SİSTEMİ OLMALI !

Bu sistem öylesine biçimlendirilmiş olmalıdır ki, içeride bir iş/işlem yapıldığında elde edilen çıktıların ilgili hedefleri–müşteri/paydaş istek ve beklentilerini-karşılayıcı nitelikte olması azami garanti altında bulunmalıdır.

18

Laboratuvar Yönetim Sistemi Nitelikleri-9

YÖNETİM SİSTEMİNİN AÇIKLANMASI

Bu bağlamda ilgili bir standardın maddelerinde gösterilen şartlara karşılık veren tarzda hazırlanmış el kitabı (KEK) anlamlı değildir.

Olması gereken;

- **Yönetim sisteminin, laboratuvarın paydaşların beklentilerinin/ihtiyaçlarının nasıl anlaşıldığını**
- **Hedeflerin nasıl belirlendiğini,**
- **Proseslerin nasıl tasarlandığını,**
- **Performans ölçümlerinin nasıl yapıldığını,**
- **Performans iyileştirmenin nasıl yapıldığını açıklamaktır.**

19

Laboratuvarda Yönetim Sistemini Uygunlaştırma-1

UYGUNLAŞTIRMA İŞLEMLERİ

- **1) İlgili terminoloji öğrenilmeli (ISO 9000:2005 ve doğru kullanılmalı**
- **2) Laboratuvarın misyon, vizyon ve kalite politikası müşteri/paydaş beklentilerine göre tanımlanmalı**
- **3) Yönetim sisteminin niteliklerine dair şartları getiren standartların içeriği (ISO 17025, ISO 15189 vb) öğrenilmeli**
- **4) Laboratuvarın misyonunu yerine getirme yeteneği üzerinde etkisi olan faktörler tespit edilmeli**
- **5) Bu faktörlere ilişkin hedefler belirlenmeli, başarı ölçütleri ve ulaşılması istenen performans seviyeleri tespit edilmeli**

20

Laboratuvarda Yönetim Sistemini Uygunlaştırma-2

UYGUNLAŞTIRMA İŞLEMLERİ (devam)

- **6) Belirlenmiş hedeflere ulaşmak için gerekli olan prosesler tespit edilmeli,**
- **7) Proseslerin girdileri belirlenmeli**
- **8) Proseslerin aşamaları belirlenmeli**
- **9) Her bir prosesin her bir aşamasında gerekli olan kaynaklar, bilgi ve yetkinlikler belirlenmeli**
- **10) Her bir prosesin her bir aşamasından elde edilecek çıktıların niteliklerinin nasıl olması gerektiği ve nitelik doğrulama araçları, metotları belirlenmeli**
- **11) Her bir prosesin her bir aşamasının karşılaşabileceği riskleri, olası etkileri değerlendirilmeli. Bunları ortadan kaldırmak veya azaltmak için tedbirler belirlenmeli**

21

Laboratuvarda Yönetim Sistemini Uygunlaştırma-3

UYGUNLAŞTIRMA İŞLEMLERİ (devam)

- **12)Her prosesin performansının nasıl ölçüleceği ve değişkenliğin nasıl azaltılacağı tespit edilmeli**
- **13) Her bir prosesin verimliliğinin nasıl ölçüleceği ve nasıl iyileştirileceği belirlenmeli**
- **14) Her bir prosesin etkinliğinin nasıl ölçüleceği ve gerekli olan değişikliklerin nasıl yapılacağı belirlenmeli**
- **15) Gerçekleştirilen değişiklikler ilgili personele ve taraflara bildirilmeli ve yeni durumu benimsemeleri, katılımcı olmaları sağlanmalı**
- **16) Proses yaklaşımı hayata geçirilmeli**
- **17) Her bir prosesin performansı ölçülmeli**

22

Laboratuvarda Yönetim Sistemini Uygunlaştırma-4

UYGUNLAŞTIRMA İŞLEMLERİ (devam)

- **18) Performans gözden geçirme için zaman aralıkları belirlenmeli**
- **19) Belirlenmiş hedeflere ulaşma bakımından laboratuvarın performansı değerlendirilmeli**
- **20) Hedefleri elde etmek için performans iyileştirme sorumlulukları oluşturulmalı**
- **21) Belirlenmiş hedefler periyodik olarak gözden geçirilmeli zamanla değişebilecek paydaş/müşteri beklentilerine uygunluğun sağlanması niçin gerekli değişiklikler yapılmalı**

23

Yönetim Sisteminin Kapsama Alanı



24

ISO 17025 Standardının Getirdiği Prensipler

- Kapasite
- Sorumluluk Alma
- Bilimsel Metot
- Sonuçların Objektifliği
- Tarafsız Çalışma
- Ölçümlerin İzlenebilirliği
- Testlerin Tekrarlanırlığı
- Proseslerin Şeffaflığı

- TEŞEKKÜR EDERİZ !



YÖNETİM ŞARTLARI (4. MADDE) İLE İLGİLİ DİKKAT EDİLMESİ GEREKLİ HUSUSLAR, SIK YAPILAN HATALAR

Pınar YILDIZLAR AKSU



TÜRKAK

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TS EN ISO/IEC 17025

Pınar YILDIZLAR AKSU
LABORATUVAR AKREDİTASYON BAŞKANLIĞI

TS EN ISOIEC 17025
1.Kapsam

- Bu standard, deney ve/veya kalibrasyon hizmeti veren bütün kuruluşlara uygulanabilir.
- Bu standard, personel sayısına veya deney ve/veya kalibrasyon faaliyetlerinin kapsamına bakılmaksızın bütün laboratuvarlara uygulanabilir.

4.1 KURULUŞ

Yasal olarak sorumlu tutulabilecek bir kurum:

- Özel Sektör
- Kamu Kuruluşu
- Büyük bir organizasyonun tanımlanmış bir parçası

4.1 KURULUŞ

- Yönetim Sistemi kurulu, gezici ve geçici tesisleri kapsayacak şekilde tasarlanmalıdır.
- Laboratuvar, laboratuvar faaliyetlerinden farklı faaliyetleri bulunan bir kuruluşun parçası ise, deney/kalibrasyon çalışmalarına katılan veya bu çalışmaları etkileyen kilit personelin sorumlulukları olabilecek görev çelişkilerini ortadan kaldıracak şekilde tanımlanmalıdır.

4.1 KURULUŞ

Üçüncü Taraf Laboratuvar Sorumluluğu

- Tüm ticari, mali ve diğer etkilerden arındırılmış olmalı.
- Karar verme bağımsızlığına olan güveni ve deney veya kalibrasyon çalışmaları ile ilgili dürüstlüğünü tehlikeye atacak hiçbir faaliyet içine girmemelidir.

4.1 KURULUŞ

- Yeterli niteliklere ve yetkilere sahip idari ve teknik personel
- Organizasyon şeması
- Sorumluluklar
- Yetkiler
- Tüm çalışanların iş ilişkileri

4.1 KURULUŞ

- **Laboratuvar politikası ve kaynaklar hakkında kararların alındığı en yüksek yönetim kademesine doğrudan ulaşabilen bir kalite yöneticisi atanmalı**
- **Personelin yapılan faaliyetlerin ve bunların yönetim sisteminin hedeflerinin gerçekleştirilmesine katkı sağlanması hususunda bilgilendirilmesi**
- **Laboratuvar içi uygun iletişim proseslerinin oluşturulması**

4.2 Yönetim Sistemi

- **Üst yönetim tarafından onaylanan Kalite Politikası**
- **Kalite Hedefleri ölçülebilir bir şekilde tanımlanmalı**
- **Kalite Sistemi Dokümantasyonu personele ulaştırılmış ve çalışmalarında kullanmaları sağlanmış olmalı**
- **Dokümanlar personel tarafından anlaşılmış ve ulaşılabilir ve uygulanabilir olmalı**

4.3 Doküman Kontrolu

- **İç ve dış kaynaklı tüm dokümanların kontrolü için prosedürler oluşturulmalı**
- **Laboratuvar personeline yönetim sistemi dokümantasyonunun ulaştırılması/bu konuda eğitilmesi**
- **Laboratuvar tarafından üretilen kalite sistemi dokümanları, özgün olarak tanımlanmalı**

4.3 Doküman Kontrolu

- **Doküman Hazırlama**
- **Dokümanın Kodlanması**
- **Doküman Revizyonu**
- **Doküman Dağıtımı**
- **Güncelliğini yitiren kontrollü dokümanın toplanması**
- **Güncelliğini yitiren orijinal dokümanın muhafazası/işaretlenmesi**

4.3 Doküman Kontrolu

- **Dokümanlar için periyodik gözden geçirme sıklığı**
- **Dokümanlarda elle tadilat**
- **Dış kaynaklı dokümanların güncellik takibi**
- **Elektronik ortamda yapılan yürütülen doküman kontrol yönteminin TS EN ISO IEC 17025 Madde 4.3 şartlarını karşılaması**

4.4 TALEPLERİN, TEKLİFLERİN VE SÖZLEŞMELERİN GÖZDEN GEÇİRİLMESİ

- Uygulanacak metotlar da dahil olmak üzere şartlar müşteri ve laboratuvar için anlaşılır ve yeterli bir şekilde dokümante edilmeli
- Talep,teklif ve sözleşme arasındaki farklılık işe başlamadan önce giderilmeli ve her iki taraf için de kabul edilebilir olmalı
- Sözleşme veya talebin karşılanması süresince müşteri ile yapılan görüşmeler kayıt altına alınmalı

4.5 DENEYLERİN VE KALİBRASYONLARIN TAŞERONA VERİLMESİ

- Akreditasyon kapsamında yer alan metotların taşerona verilmesi
- Taşeron hakkında müşteri bilgilendirilmeli
- Taşeron TS EN ISO/IEC 17025 şartlarını karşılamalı
- Taşeronun yaptığı işten sorumlu olunmalı
- Deney raporunda taşerondan alınan sonuçlar belirtilmeli

4.6 HİZMET VE MALZEMELERİN SATIN ALINMASI

- Teknik kriterler/şartnamenin satın alım öncesi ilgili kişiler tarafından oluşturulmalı
- Satın alınan ve deneylerin kalitesini etkileyen hizmet/malzeme/cihazın ilk kullanım öncesi uygunluğu ilgili kişiler tarafından teyit edilmeli
- Tedarikçiler değerlendirilmeli, tedarikçi listesi oluşturulmalı

4.7 MÜŞTERİYE HİZMET

- Müşteri geri bildirimleri toplanmalı
- Müşteri anketlerinin değerlendirilmesi
- Müşterinin kendi analizine tanıklık etmesi

4.8 ŞİKAYETLER

- Şikayetlerin kayıt altına alınması
- Şikayetin değerlendirilmesi
- Şikayet çözümlenmesi ile ilgili olarak müşterinin bilgilendirilmesi
- Düzeltici faaliyetin gerçekleştirilmesi

4.9 Uygun Olmayan Deney ve/veya Kalibrasyon İşleminin Kontrolü

- Uygun olmayan deney işinin tanımı
- Uygun olmayan deney işinin durdurulmasına ve yeniden başlatılmasına ilişkin sorumluluk
- Uygun olmayan deney işinin öneminin değerlendirilmesi
- Düzeltmenin yapılması
- Gerekiyorsa müşterinin bilgilendirilmesi, işin geri çekilmesi
- Düzeltici faaliyetin gerçekleştirilmesi

4.9 Uygun Olmayan Deney ve/veya Kalibrasyon İşleminin Kontrolü

- Yeterlilik deneylerinden ve karşılaştırma testlerinden alınan başarısız sonuçlar
- Kalite kontrol kartlarındaki sapan veriler

4.10 İyileştirme

Laboratuvar, yönetim sisteminin etkinliğini kalite politikası, kalite hedefleri, tetkik sonuçları, verilerin, düzeltici ve önleyici faaliyetleri, veri analizleri ve yönetimin gözden geçirmeleri vasıtasıyla sürekli iyileştirmelidir.

4.11 Düzeltici Faaliyet
4.12 Önleyici Faaliyet

- Uygunsuzluğun açık bir şekilde tanımlanması
- Düzeltici faaliyetin sebep analizi ile başlatılması
- Düzeltici faaliyetin sonuçlarının etkinliğinin izlenmesi (4.11.4)
- Önleyici faaliyet olası uygunsuzluğun oluşmadan önlenmesi

4.13 KAYITLARIN KONTROLU

- Kayıt ve doküman arasındaki fark
- Analiz defterlerindeki kayıtların kime ait olduğu ve tarihinin izlenememesi
- Ham verilerin ilk kaydedildiği noktadan silinmesinin önüne geçilmesi
- Kayıtlarda düzeltme
- Kayıtların muhafaza süreleri/yerleri/sorumluları
- Arşiv (kontrollü, güvenli,kayıtların bozulmasını önleyecek şekilde)
- Elektronik ortamda tutulan kayıtlar (cihaz hafızası)

4.14 İÇ TETKİKLER

- İç denetim planının laboratuvarın tüm bölümlerini/standardın tüm ögelerini içerecek şekilde oluşturulması
- Analiz faaliyetlerin iç denetim kapsamında detaylı olarak ele alınması
- İç denetim kayıtlarının iç denetim sırasındaki tabloyu yansıtır nitelikte olması
- İç denetçilerin TS EN ISO/IEC 17025 bilgisinin olması
- İç denetçinin denetlediği alandan bağımsızlığı
- Kalite biriminin denetlenmesi

4.15 YÖNETİMİN GÖZDEN GEÇİRMESİ

- YGG gündeminin önceden katılımcılara gönderilmesi
- Üst yönetimin YGG'de bulunması
- Yönetici ve yönlendirici personel raporlarının gündemde yer alması
- YGG'de alınan kararlar, süreler ve sorumluların kayıt altına alınması

TEKNİK ŞARTLAR (5. MADDE) İLE İLGİLİ DİKKAT EDİLMESİ GEREKLİ HUSUSLAR, SIK YAPILAN HATALAR

Pınar YILDIZLAR AKSU



TÜRKAK

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik Şartlar

Pınar YILDIZLAR AKSU

TS EN ISO/IEC 17025
5.2 Personel

- Personelin yetkinliği ve yeterliliği sağlanmalıdır.
- Personelin eğitim ihtiyacı belirlenmeli ve eğitim programı oluşturulmalıdır.
- Eğitim programı laboratuvarın halen sürdürmekte olduğu ve gelecekte beklenen işlerine uygun olmalıdır.

TS EN ISO/IEC 17025
5.2-Personel

- Personelin Gözetimi-Oryantasyon
- Görev Tanımları
- Analizler için yetkilendirme-Objektif Delil
- Kayıtlar

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik Şartlar

5.3 Yerleşme ve Çevre Koşulları

- Uygun Mekan ve Çevre Koşulları
- Analiz Metodunda tanımlanan ortam koşullarının sağlanması
- EA rehberlerinde belirtilen ortam koşulları (örn: mikrobiyoloji)

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.3 Yerleşim ve Çevre Koşulları

- Karşılıklı etkileşim
- Deney alanı olumsuz etki yapmamalı
- Önemli çevre parametreleri
- Giriş ve kullanımın kontrolü
- Düzen ve temizlik

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.4 Metodlar ve Metodların Geçerli Kılınması

- Standart Metotlar
- İşletme-İçi Metotlar
- Standarttan Modifiye Metotlar

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.4.2 Metodların Seçilmesi

- Metotlar müşteri taleplerine uygun olmalıdır, tercihen
- Uluslararası
- Bölgesel
- Ulusal standartlarda yer alan
- Standardın daima en son baskısı kullanılmalıdır

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.4.2 Metodların Seçilmesi

Laboratuvar:

- **Standard metodu kullanmadan önce metodu doğru kullandığını teyit etmelidir.**
- **İşletme-içi Metodu/Standarttan modifiye metodu kullanmadan önce metodu geçerli kılmalıdır.**

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.4.6 Ölçme belirsizliği

- Bir kalibrasyon laboratuvarı ölçme belirsizliğinin hesaplanması için prosedürlere sahip olmalı ve uygulamalıdır.
- Bir deney laboratuvarı dahili kalibrasyon yaptığı durumlarda ölçme belirsizliğini hesaplamalıdır.
- Deney laboratuvarı gerçekleştirdiği analizlere ilişkin ölçme belirsizliğini hesaplamalıdır.

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.4.6 Ölçme belirsizliği

- Belirsizlik kaynakları detaylı olarak değerlendirilip belirsizlik bütçesine dahil edilmeli
- Mevcut belirsizlik kaynaklarından bir kısmının bütçeye dahil edilmemesi yoluyla düşük ölçüm belirsizliği hesaplanması hedeflenmemeli
- Çeşitli yazılımlar kullanarak belirsizlik hesaplanması durumunda yazılımın doğrulanması, formüllerde değişikliğin kontrollü olması

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.4.7 Verilerin Kontrolü

- Hesaplamalar ve veri transferleri sistematik kontrole tabi tutulmalı
- Analiz sonuçlarının alınmasında çeşitli bilgisayar yazılımları kullanılması durumunda doğrulama
- Kullanılan bilgisayarların/otomatik cihazların periyodik kontrolü ve bakımı
- Verilerin elektronik muhafazasında gizlilik, verilerde değişiklik yapmak

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.5 Cihazlar

- Akreditasyon talep edilen metotla uyumlu cihaz
- Numune alma için gerekli cihazlar
- Numune hazırlama için gerekli cihazlar
- Sonuçların değerlendirilmesi için gerekli cihazlar

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.5 Cihazlar

- Cihazlara ilişkin kullanım kılavuzu
- Cihazların ilk kullanım öncesi uygunluk kontrolü
- Cihazların kalibrasyon, bakım programı
- Cihazlara ait arıza, bakım kayıtları
- Cihazların işaretlenmesi (5.5.8)

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.6 Ölçümlerin İzlenebilirliği

- Analiz sonuçlarının doğruluğu ve geçerliliğine etkisi olabilecek tüm cihazların kalibrasyonu
- Akredite kalibrasyon laboratuvarlarından kalibrasyon hizmeti alımı
- Kalibrasyon sertifikalarının ilk kullanım öncesi uygunluk kontrolü
- Cihazların kalibrasyon sürelerinin takibine ilişkin sorumluluklar

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.6.3 Ölçümlerin İzlenebilirliği

- Akreditasyon Başvurusu Sırasında dahili kalibrasyon yapılan alanların TÜRKAK'a bildirilmesi
- Akreditasyon denetiminde ilgili alanlara ilişkin olarak uzmanların denetime dahil edilmesi
- Dahili kalibrasyon laboratuvarları tarafından kalibrasyon sertifikası düzenlenmesi
- Dahili kalibrasyon laboratuvarları sadece akreditasyon talep eden kuruluşa hizmet verebilir.

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.7 Numune Alma

- Numune alma yöntemini tanımlayan dokümantasyon oluşturulmalıdır
- Numune Alma için gerekli cihazlar
- Numune alma için gerekli eğitimler
- Numune Almanın akreditasyon kapsamında yer alması için alınan numunenin analizinin laboratuvarda yapılabilmesi
- Alınan numunenin bozulmadan laboratuvara ulaştırılması (örn: sıcaklık vb.)

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.8 Deney Numunelerine ve kalibrasyona gelen cihazlara uygulanan işlemler

- Numune kabul kriterleri
- Uygun olmayan numune geldiğinde izlenen yöntem
- Numunelerin kabul edildiği noktada kodlanması
- Numunelerin bozulmadan muhafazası
- Analizi biten ve analizi yapılacak numunelerin birbirleriyle karışmayacak şekilde muhafaza edilmesi

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.9 Deney Sonuçlarının Kalitesinin Temini

- Laboratuvarlararası Karşılaştırma Ölçümlerine/Yeterlilik Deneylerine Katılım
- Yeterlilik deneyleri organizatörleri tarafından gönderilen nihai sonuç raporlarının incelenmesi
- Başarısız sonuç alınması durumunda uygun olmayan deney işinin kontrolü aşamaları
- Düzeltici faaliyetin sadece yeniden yeterlilik deneyine katılımla sınırlandırılmaması

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.9 Deney Sonuçlarının Kalitesinin Temini

- Kalite Kontrol Kartlarının Oluşturulması
- Kalite Kontrol Kartlarındaki verilerin gidişatının değerlendirilmesi
- Gidişatın uygun olmadığı durumlarda düzeltici faaliyetin başlatılması

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.10 Sonuçların Rapor Haline Getirilmesi

- Deney Raporu formatlarının oluşturulması
- Ölçüm belirsizliğinin analiz raporlarında beyanına ilişkin koşullar
- Birden fazla numuneye ait sonucun aynı raporda verilmesi durumunda sonuç-numune arasındaki bağlantı
- Akreditasyon markasının deney raporlarında kullanımı

TS EN ISO/IEC 17025
Teknik şartlar

5.10 Sonuçların Rapor Haline Getirilmesi

- Taşerondan alınan sonuçların raporda beyanı
- Raporlarda değişiklik yapılması
- Dahili müşterilere veya yazılı anlaşma olan müşterilere özet rapor gönderimine ilişkin koşullar



LABORATUVARDA KULLANILAN TEMEL İSTATİSTİK TEKNİKLER

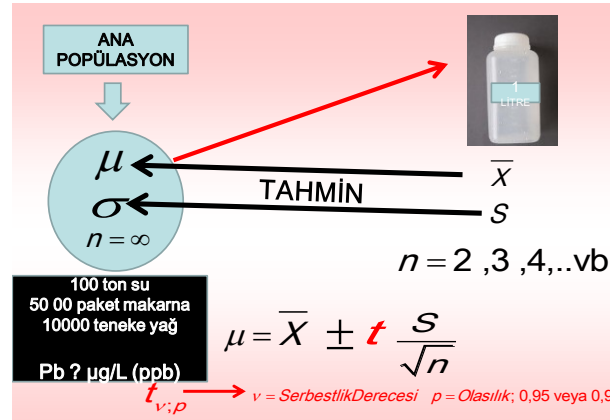
B. Taylan ÇORUH
Kimya Mühendisi

1. ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU ve GÜVENLİĞİ SEMPOZYUMU

LABORATUVARDA KULLANILAN TEMEL İSTATİSTİK TEKNİKLER

B. Taylan ÇORUH
Kim. Müh

1





%P(%95) olasılıkla gerçek değer "μ" bu aralığın herhangi bir yerinde olabilir.

GÜVEN ARALIĞI ve GÜVEN SEVİYESİ -1

Çok sayıda deney yapılıp bunların ortalaması (μ) ve standart sapması (σ) hesaplanırsa bulunan değerler en güvenilir değerlerdir. Çünkü, yeteri sayıda deney yapılmıştır.Aynı metotla bir deney daha yapılsa bu deneyde bulunan sonucun doğru değer "μ" den "+" ve "-" ne kadar uzakta olduğu standart sapmadan (σ) yararlanarak bulunur.

4

GÜVEN ARALIĞI ve GÜVEN SEVİYESİ-2

İstatistik olarak bulunan bu tek sonuç doğru değer "μ" den

%68.3 olasılıkla en çok "±1σ"

%96.0 olasılıkla en çok "±2σ"

%99.7 olasılıkla en çok "±3σ"

%99.9 olasılıkla en çok "±3.29σ"

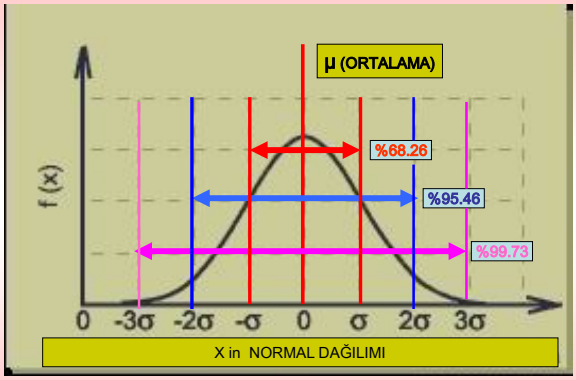
Kadar uzakta bulunur.

5

GÜVEN ARALIĞI ve GÜVEN SEVİYESİ-3

Güven seviyesi	"Z "Değeri	Güven Aralığı
50	0.67	μ±0.67σ
68	*1,00*	*μ±1.00σ*
95	1.96	μ±1.96σ
95		*μ±2σ*
96	2.00	μ±2.00σ
99	2.58	μ±2.58σ
99.7	*3.00*	*μ±3.00σ*
99.9	3.29	μ±3.29σ

6



7

GÜVEN ARALIĞI ve GÜVEN SEVİYESİ-4

Ancak, günlük işlerde 3- 5 analiz yapılır. Buradan bir ortalama değer (X_{ort}) ve bir standart sapma(S) hesaplanır.Bu ortalama değer aranan ortalama değer değildir. Diğer bir deyiş ile bulunan bu ortalama değer ve standart sapma yeterince güven verici değildir.

Bu ortalama değer (X_{ort}) gerçek değerden (μ) en çok ne kadar farklı olabilir?

8

GÜVEN ARALIĞI ve GÜVEN SEVİYESİ-5

3-5 DENEY YAPILIP BULUNAN ORTALAMA DEĞER $\bar{X}$ ve STANDART SAPMA $S_{\bar{x}}$ dan

BAZI SONUÇLARA ULAŞILMAYA ÇALIŞILIR. BULUNAN BU ORTALAMA DEĞER ve STANDART SAPMA ÇOK GÜVENLİ OLMASADA BULUNAN BU ORTALAMA DEĞERİN GERÇEK (DOĞRU) DEĞERDEN NE KADAR FARKLI OLDUĞU BELİRLİ BİR OLASILIKLA HESAPLANABİLİR. BÖYLE BİR HESAPLAMA İLE SADECE DOĞRU DEĞERİN İÇİNDE BULUNACAĞI ARALIK HESAPLANIR

9

DENEY SAYISINDAKİ YETERSİZLİKLER NEDENİYLE OLUŞAN OLUMSUZLUKLARI ORTADAN KALDIRMAK İÇİN W.S.GOSSET TARAFINDAN OLUŞTURULAN TABLOLAR KULLANILIR. STUDENTS İSTATİSTİK ADI VERİLEN BU İSTATİSTİKTE HESAP YOLU İLE BULUNAN NUMUNENİN VEYA ORTALAMANIN STANDART SAPMA DEĞERLERLERİ SERBESTLİK DERECESİ **"ν"** VE İSTENİLEN GÜVENİRLİK DERECESİ "P" İÇİN HAZIRLANMIŞ TABLOLARDAN ALINAN SAYILARLA **(t)** ÇARPILARAK DÜZELTİLİR.

10

DENEY SAYISI 30 DAN KÜÇÜK İSE (N<30) BULUNAN SONUÇLARDA DÜZELTME YAPMAK GEREKLİDİR

11

ÖLÇÜMLERİN GÜVEN ARALIĞI

$$\mu = \overline{X} \pm t_{v,p}.S$$

$$\mu = \overline{X} \pm t_{v,p}.S_{\bar{x}}$$

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{N}}$$

V : Serbestlik Derecesi

Deney sonucu elde edilen değer sayısı, eksi bu verilerden hesaplanan sabitlerdir. Örneğin standart sapmanın hesaplanmasında $\bar{X}$ kullanıldığı için serbestlik derecesi "N-1" alınmıştır

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N}(x_i - \bar{x})^2}{N-1}}$$

Bir tekstil numunesi çekme deneyinde N=5 adet deney yapılmış ise serbestlik derecesi 5-1=4 Olur.

"p" Olasılık

Güven aralığını vermek istediğimiz olasılık değeridir.%90, %95, %98, %99, %99.8 gibi değerler alabilir.

Yaygın olan sonuçların

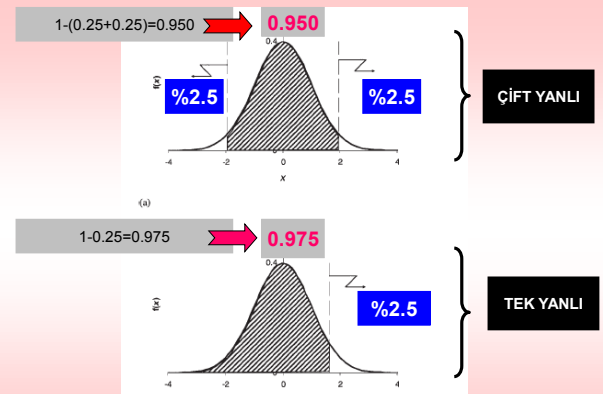
%95 olasılıkla

verilmesidir.

Table 4-2 Values of Student's *t*

Degrees of freedom	Confidence level (%) 50	90	95	98	99	99.5	99.9
1	1.000	6.314	12.706	31.821	63.657	127.32	636.619
2	0.816	2.920	4.303	6.965	9.925	14.089	31.598
3	0.765	2.353	3.182	4.541	5.841	7.453	12.924
4	0.741	2.132	2.776	3.747	4.604	5.598	8.610
5	0.727	2.015	2.571	3.365	4.032	4.773	6.869
6	0.718	1.943	2.447	3.143	3.707	4.317	5.959
7	0.711	1.895	2.365	2.998	3.500	4.029	5.408
8	0.706	1.860	2.306	2.896	3.355	3.832	5.041
9	0.703	1.833	2.262	2.821	3.250	3.690	4.781
10	0.700	1.812	2.228	2.764	3.169	3.581	4.587
15	0.691	1.753	2.131	2.602	2.947	3.252	4.073
20	0.687	1.725	2.086	2.528	2.845	3.153	3.850
25	0.684	1.708	2.060	2.485	2.787	3.078	3.725
30	0.683	1.697	2.042	2.457	2.750	3.030	3.646
40	0.681	1.684	2.021	2.423	2.704	2.971	3.551
60	0.679	1.671	2.000	2.390	2.660	2.915	3.460
120	0.677	1.658	1.980	2.358	2.617	2.860	3.373
∞	0.674	1.645	1.960	2.326	2.576	2.807	3.291

NOTE: In calculating confidence intervals, σ may be substituted for s in Equation 4-6 if you have a great deal of experience with a particular method and have therefore determined its "true" population standard deviation. If σ is used instead of s, the value of t to use in Equation 4-6 comes from the bottom row of Table 4-2.



Çift Yanlı 0.950 "t" Değeri = Tek Yanlı 0.975 "t" Değeri

C_s → ReferansHacim " V_s" deki cfu veya cfp sayısı
Z → ToplamKoloniSayısı
V_s → Referans Hacim
$V_{Tot.}$ → ToplamHacim

POİSSON DAĞILIMI GÜVEN ARALIĞI $Z \geq 20$

$$C_s \pm 95\%CI = \left(\frac{Z \pm 2\sqrt{Z}}{V_{Tot.}}\right)V_s = \left(\frac{Z}{V_{Tot.}} \pm \frac{2\sqrt{Z}}{V_{Tot.}}\right)Vs$$

$$C_s \pm 95\%CI = \frac{Z}{V_{Tot.}}V_s \pm \frac{2\sqrt{Z}}{V_{Tot.}}V_s$$

C_s → ReferansHacim " V_s" deki cfu veya cfp sayısı
Z → ToplamKoloniSayısı
V_s → Referans Hacim
$V_{Tot.}$ → ToplamHacim

POİSSON DAĞILIMI GÜVEN ARALIĞI $Z < 20$

$$C_s \pm 95\%CI = \left(\frac{Z + 2 \pm 2\sqrt{Z+1}}{V_{Tot.}}\right)V_s = \left(\frac{Z}{V_{Tot.}} + \frac{2}{V_{Tot.}} \pm \frac{2\sqrt{Z+1}}{V_{Tot.}}\right)Vs$$

DENEY (ÖLÇÜM) SONUÇLARININ (SAPANLARIN) ATILMASI

19

1

DEĞERLENDİRME DIŞI BIRAKILANLAR ve UZAKTA KALANLARIN TESPİTİ İÇİN SAYISAL TEKNİKLER

20

DENEY VEYA ÖLÇÜM SONUÇLARININ ATILMASINDA SON DERECE DİKKATLİ DAVRANILMALI ve GEÇERLİ BİR TEKNİK NEDEN OLMAKSIZIN SAPAN (AYKIRI) DENEY (ÖLÇÜM) SONUÇLARI HİÇBİR ŞEKİLDE ATILMAMALIDIR.

21

DİXON TESTİ (Q TESTİ)

(DENEY SONUÇLARININ ATILMASI)

Deneyde bulunan sonuçlardan hangisinin/hangilerinin atılacağına karar verilirken çeşitli istatistiksel teknikler kullanılabilir. Dixon (Q) testi bunlardan bir tanesidir. Bu teste bulunan sonuçlar en küçükten en büyüğüne doğru sıraya dizilir.

ve deney sayısı "n≤7 için Ya en küçük değerle ona yakın değer arasındaki fark alınır ve en büyük değerle en küçük değer arasındaki farka bölünür; veya en büyük değerle ona yakın değer arasındaki fark alınır ve en büyük değerle en küçük değer arasındaki farka bölünür.

Çıkan sonuçlar tablolarda verilen değerlerle karşılaştırılır

22

$n \leq 7$ İçin Dixon Testi

X_1 X_2 X_3 X_4 X_5 .....X_{n-1} X_n

$$Q_{Şüpheli} = \frac{X_2 - X_1}{X_n - X_1}$$

YA DA

$$Q_{Şüpheli} = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_1}$$

23

$8 \leq n \leq 10$ *İçin Dixon Testi*

$$Q_{EnKüçükŞüpheli} = \frac{X_2 - X_1}{X_{n-1} - X_1}$$

$$Q_{EnBüyükŞüpheli} = \frac{X_n - X_{n-1}}{X_n - X_2}$$

Örnek : $n = 9$ *deney*

$X_1, X_2, X_3, X_4, X_5, X_6, X_7, X_8, X_9$

24

$14 \le n \le 30$ *İçin Dixon Testi*

$$Q_{EnKüçükŞüpheli} = \frac{X_3 - X_1}{X_{n-2} - X_1}$$

$$Q_{EnBüyükŞüpheli} = \frac{X_n - X_{n-2}}{X_n - X_3}$$

$X_1, X_2, X_3, X_4, X_5, X_6, X_7, X_8, X_9, X_{10}, \ldots\ldots, X_{n-2}, X_{n-1}, Xn$

25

n	Significance Level (One-Sided Test)		
	10 percent	5 percent	1 percent
14	0.492	0.546	0.641
15	0.472	0.525	0.616
16	0.454	0.507	0.595
17	0.438	0.490	0.577
18	0.424	0.475	0.561
19	0.412	0.462	0.547
20	0.401	0.450	0.535
21	0.391	0.440	0.524
22	0.382	0.430	0.514
23	0.374	0.421	0.505
24	0.367	0.413	0.497
25	0.360	0.406	0.489
26	0.354	0.399	0.486
27	0.348	0.393	0.475
28	0.342	0.387	0.469
29	0.337	0.381	0.463
30	0.332	0.376	0.457

26

COCHRAN TESTİ

COCHRAN KRİTERİ SADECE **VARYANSLARIN**

(STANDART SAPMALARIN)

BİR GURUBUNDAKİ EN YÜKSEK DEĞERİ DENEYEREK ATILIP ATILMAYACAĞINA KARAR VERİR

27

COCHRAN TESTİ

1- Cochran kriteri sadece standart sapmaların bir gurubundaki en yüksek değeri denediğinden tek taraflı değerlendirme dışı bırakılanlar (sapanlar) deneyidir.

2- En büyük standart sapma bir değerlendirme dışı bırakılan (sapan) olarak sınıflandırılırsa bu değer göz ardı edilerek deney kalan değerler üzerinden tekrarlanmalıdır.

28

COCHRAN TESTİ

$$C = \frac{S^2_{\max}}{\sum_{i=1}^{p} S_i^2}$$

Burada s_{max}; gruptaki en yüksek standard sapmadır.

29

a - Deney istatistiği kendi kritik değerinin % 5'ine eşit veya bu değerden daha az ise, denenen madde doğru olarak kabul edilir.

b - Deney istatistiği kendi kritik değerinin % 5'inden büyük ve kendi kritik değerinin % 1'inden küçük veya buna eşit ise, denenen madde uzakta kalan olarak adlandırılır ve tek bir yıldız işareti ile işaretlenir.

c - Deney istatistiği kendi kritik değerinin % 1'inden daha büyük ise, madde istatistikî açıdan değerlendirme dışı bırakılan olarak adlandırılır ve çift yıldız işareti ile işaretlenir.

30

Table A.3a Critical values for the Cochran test (95% confidence).

I	$n=2$	$n=3$	$n=4$	$n=5$	$n=6$	$n=7$	$n=8$	$n=9$	$n=10$	$n=11$
2	0.998	0.975	0.939	0.906	0.877	0.853	0.833	0.816	0.801	0.788
3	0.967	0.871	0.798	0.746	0.707	0.677	0.653	0.633	0.617	0.603
4	0.906	0.768	0.684	0.629	0.589	0.560	0.536	0.518	0.502	0.488
5	0.841	0.684	0.598	0.544	0.506	0.478	0.456	0.439	0.424	0.412
6	0.781	0.616	0.532	0.480	0.445	0.418	0.398	0.382	0.368	0.357
7	0.727	0.561	0.480	0.431	0.397	0.373	0.354	0.338	0.326	0.315
8	0.680	0.516	0.438	0.391	0.359	0.336	0.318	0.304	0.293	0.283
9	0.638	0.477	0.403	0.358	0.328	0.307	0.290	0.277	0.266	0.257
10	0.602	0.445	0.373	0.331	0.303	0.282	0.267	0.254	0.244	0.235
11	0.570	0.417	0.348	0.308	0.281	0.262	0.247	0.235	0.225	0.217
12	0.541	0.392	0.326	0.288	0.262	0.244	0.230	0.219	0.210	0.202
13	0.515	0.371	0.307	0.271	0.246	0.229	0.215	0.205	0.196	0.189
14	0.492	0.352	0.291	0.255	0.232	0.215	0.202	0.192	0.184	0.177
15	0.471	0.335	0.276	0.242	0.220	0.203	0.191	0.182	0.174	0.167
16	0.452	0.319	0.262	0.230	0.208	0.193	0.181	0.172	0.164	0.158
17	0.434	0.305	0.250	0.219	0.198	0.183	0.172	0.163	0.156	0.150
18	0.418	0.293	0.240	0.209	0.189	0.175	0.164	0.156	0.149	0.143
19	0.403	0.281	0.230	0.200	0.181	0.167	0.157	0.149	0.142	0.136
20	0.389	0.270	0.221	0.192	0.174	0.160	0.150	0.142	0.136	0.130
21	0.377	0.261	0.212	0.185	0.167	0.154	0.144	0.136	0.130	0.125
22	0.365	0.252	0.204	0.178	0.160	0.148	0.138	0.131	0.125	0.120
23	0.354	0.243	0.197	0.171	0.155	0.142	0.133	0.126	0.120	0.116
24	0.343	0.235	0.191	0.166	0.149	0.137	0.129	0.122	0.116	0.111
25	0.334	0.228	0.185	0.160	0.144	0.133	0.124	0.117	0.112	0.107
26	0.325	0.221	0.179	0.155	0.139	0.128	0.120	0.114	0.108	0.104
27	0.316	0.215	0.174	0.150	0.135	0.124	0.116	0.110	0.105	0.100
28	0.308	0.209	0.168	0.146	0.131	0.121	0.113	0.106	0.101	0.097
29	0.300	0.203	0.164	0.142	0.127	0.117	0.109	0.103	0.098	0.094
30	0.293	0.198	0.159	0.138	0.124	0.114	0.106	0.100	0.095	0.092
31	0.286	0.193	0.155	0.134	0.120	0.111	0.103	0.097	0.093	0.089
32	0.279	0.188	0.151	0.130	0.117	0.108	0.100	0.095	0.090	0.086
33	0.273	0.184	0.147	0.127	0.114	0.105	0.098	0.092	0.088	0.084
34	0.267	0.179	0.144	0.124	0.111	0.102	0.095	0.090	0.086	0.082
35	0.262	0.175	0.140	0.121	0.108	0.100	0.093	0.088	0.083	0.080
36	0.256	0.171	0.137	0.118	0.106	0.097	0.091	0.085	0.081	0.078
37	0.251	0.168	0.134	0.116	0.103	0.095	0.088	0.083	0.079	0.076
38	0.246	0.164	0.131	0.113	0.101	0.093	0.086	0.082	0.078	0.074
39	0.241	0.161	0.128	0.111	0.099	0.091	0.085	0.080	0.076	0.073
40	0.237	0.158	0.126	0.108	0.097	0.089	0.083	0.078	0.074	0.071
41	0.233	0.154	0.123	0.106	0.095	0.087	0.081	0.076	0.073	0.069
42	0.228	0.151	0.121	0.104	0.093	0.085	0.079	0.075	0.071	0.068
43	0.224	0.149	0.118	0.102	0.091	0.083	0.078	0.073	0.070	0.067
44	0.221	0.146	0.116	0.100	0.089	0.082	0.076	0.072	0.068	0.065
45	0.217	0.143	0.114	0.098	0.087	0.080	0.075	0.070	0.067	0.064
46	0.213	0.141	0.112	0.096	0.086	0.079	0.073	0.069	0.065	0.063
47	0.210	0.138	0.110	0.094	0.084	0.077	0.072	0.068	0.064	0.061
48	0.206	0.136	0.108	0.093	0.083	0.076	0.070	0.066	0.063	0.060
49	0.203	0.134	0.106	0.091	0.081	0.074	0.069	0.065	0.062	0.059
50	0.200	0.131	0.104	0.089	0.080	0.073	0.068	0.064	0.061	0.058

Table A.3b Critical values for the Cochran test (99% confidence).

I	$n=2$	$n=3$	$n=4$	$n=5$	$n=6$	$n=7$	$n=8$	$n=9$	$n=10$	$n=11$
2	1.000	0.995	0.979	0.959	0.937	0.917	0.899	0.882	0.867	0.854
3	0.993	0.942	0.883	0.833	0.793	0.761	0.734	0.711	0.691	0.674
4	0.968	0.864	0.781	0.721	0.676	0.641	0.613	0.590	0.570	0.554
5	0.928	0.789	0.696	0.633	0.588	0.553	0.526	0.504	0.485	0.470
6	0.883	0.722	0.626	0.563	0.520	0.487	0.461	0.440	0.423	0.408
7	0.838	0.664	0.568	0.508	0.466	0.435	0.411	0.391	0.375	0.362
8	0.794	0.615	0.521	0.463	0.423	0.393	0.370	0.352	0.337	0.325
9	0.754	0.573	0.481	0.425	0.387	0.359	0.338	0.321	0.307	0.295
10	0.717	0.536	0.447	0.393	0.357	0.331	0.311	0.295	0.281	0.270
11	0.684	0.504	0.418	0.366	0.332	0.307	0.288	0.272	0.260	0.250
12	0.653	0.475	0.392	0.343	0.310	0.286	0.268	0.254	0.242	0.232
13	0.624	0.450	0.369	0.322	0.291	0.268	0.251	0.237	0.226	0.217
14	0.599	0.427	0.350	0.304	0.274	0.252	0.236	0.223	0.212	0.204
15	0.575	0.407	0.332	0.288	0.259	0.239	0.223	0.210	0.200	0.192
16	0.553	0.389	0.316	0.274	0.246	0.226	0.211	0.199	0.190	0.182
17	0.532	0.372	0.301	0.261	0.234	0.215	0.201	0.189	0.180	0.172
18	0.514	0.357	0.288	0.249	0.223	0.205	0.191	0.180	0.171	0.164
19	0.496	0.343	0.276	0.239	0.214	0.196	0.183	0.172	0.164	0.156
20	0.480	0.330	0.265	0.229	0.205	0.188	0.175	0.165	0.156	0.150
21	0.465	0.318	0.255	0.220	0.197	0.180	0.168	0.158	0.150	0.143
22	0.451	0.307	0.246	0.212	0.189	0.173	0.161	0.152	0.144	0.138
23	0.437	0.297	0.237	0.204	0.182	0.167	0.155	0.146	0.138	0.132
24	0.425	0.287	0.229	0.197	0.176	0.161	0.149	0.141	0.133	0.127
25	0.413	0.278	0.222	0.190	0.170	0.155	0.144	0.136	0.129	0.123
26	0.402	0.270	0.215	0.184	0.164	0.150	0.139	0.131	0.124	0.119
27	0.391	0.262	0.209	0.179	0.159	0.145	0.135	0.127	0.120	0.115
28	0.382	0.255	0.202	0.173	0.154	0.141	0.131	0.123	0.116	0.111
29	0.372	0.248	0.197	0.168	0.150	0.137	0.127	0.119	0.113	0.108
30	0.363	0.241	0.191	0.164	0.145	0.133	0.123	0.116	0.110	0.105
31	0.355	0.235	0.186	0.159	0.141	0.129	0.120	0.112	0.106	0.102
32	0.347	0.229	0.181	0.155	0.138	0.126	0.116	0.109	0.104	0.099
33	0.339	0.224	0.177	0.151	0.134	0.122	0.113	0.106	0.101	0.096
34	0.332	0.218	0.173	0.147	0.131	0.119	0.110	0.104	0.098	0.094
35	0.325	0.213	0.168	0.144	0.127	0.116	0.108	0.101	0.096	0.091
36	0.318	0.209	0.165	0.140	0.124	0.113	0.105	0.098	0.093	0.089
37	0.312	0.204	0.161	0.137	0.121	0.111	0.102	0.096	0.091	0.087
38	0.306	0.200	0.157	0.134	0.119	0.108	0.100	0.094	0.089	0.085
39	0.300	0.196	0.154	0.131	0.116	0.106	0.098	0.092	0.087	0.083
40	0.294	0.192	0.151	0.128	0.114	0.103	0.096	0.090	0.085	0.081
41	0.289	0.188	0.148	0.125	0.111	0.101	0.094	0.088	0.083	0.079
42	0.283	0.184	0.145	0.123	0.109	0.099	0.092	0.086	0.081	0.077
43	0.278	0.181	0.142	0.120	0.107	0.097	0.090	0.084	0.080	0.076
44	0.274	0.177	0.139	0.118	0.105	0.095	0.088	0.082	0.078	0.074
45	0.269	0.174	0.136	0.116	0.102	0.093	0.086	0.081	0.076	0.073
46	0.264	0.171	0.134	0.114	0.101	0.091	0.084	0.079	0.075	0.071
47	0.260	0.168	0.132	0.112	0.099	0.090	0.083	0.078	0.073	0.070
48	0.256	0.165	0.129	0.109	0.097	0.088	0.081	0.076	0.072	0.069
49	0.252	0.162	0.127	0.108	0.095	0.086	0.080	0.075	0.071	0.067
50	0.248	0.160	0.125	0.106	0.093	0.085	0.078	0.073	0.069	0.066

ÇİZELGE 4 - Cochran Deneyi İçin Kritik Değerler

p	$n=2$		$n=3$		$n=4$		$n=5$		$n=6$	
	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %	1 %	5 %
2	-	-	0,995	0,975	0,979	0,939	0,959	0,906	0,937	0,877
3	0,993	0,967	0,942	0,871	0,883	0,798	0,834	0,746	0,793	0,707
4	0,968	0,906	0,864	0,768	0,781	0,684	0,721	0,629	0,676	0,590
5	0,928	0,841	0,788	0,684	0,696	0,598	0,633	0,544	0,588	0,506
6	0,883	0,781	0,722	0,616	0,626	0,532	0,564	0,480	0,520	0,445
7	0,838	0,727	0,664	0,561	0,568	0,480	0,508	0,431	0,466	0,397
8	0,794	0,680	0,615	0,516	0,521	0,438	0,463	0,391	0,423	0,360
9	0,754	0,638	0,573	0,476	0,481	0,403	0,425	0,358	0,387	0,329
10	0,718	0,602	0,536	0,445	0,447	0,373	0,393	0,331	0,357	0,303
11	0,684	0,570	0,504	0,417	0,418	0,348	0,366	0,308	0,332	0,281
12	0,653	0,541	0,475	0,392	0,392	0,326	0,343	0,288	0,310	0,262
13	0,624	0,515	0,450	0,371	0,369	0,307	0,322	0,271	0,291	0,243
14	0,599	0,492	0,427	0,352	0,349	0,291	0,304	0,255	0,274	0,232
15	0,575	0,471	0,407	0,335	0,332	0,276	0,288	0,242	0,259	0,220
16	0,553	0,452	0,388	0,319	0,316	0,262	0,274	0,230	0,246	0,208
17	0,532	0,434	0,372	0,305	0,301	0,250	0,261	0,219	0,234	0,198
18	0,514	0,418	0,358	0,293	0,288	0,240	0,249	0,209	0,223	0,189
19	0,496	0,403	0,343	0,281	0,276	0,230	0,238	0,200	0,214	0,181
20	0,480	0,389	0,330	0,270	0,265	0,220	0,229	0,192	0,205	0,174
21	0,465	0,377	0,318	0,261	0,255	0,212	0,220	0,185	0,197	0,167
22	0,450	0,365	0,307	0,252	0,246	0,204	0,212	0,178	0,189	0,160
23	0,437	0,354	0,297	0,243	0,238	0,197	0,204	0,172	0,182	0,155
24	0,425	0,343	0,287	0,235	0,230	0,191	0,197	0,166	0,176	0,149
25	0,413	0,334	0,278	0,228	0,222	0,185	0,190	0,160	0,170	0,144
26	0,402	0,325	0270	0,221	0,215	0,179	0,184	0,155	0,164	0,140
27	0,391	0,316	0,262	0,215	0,209	0,173	0,179	0,150	0,159	0,135
28	0,382	0,308	0,255	0,209	0,202	0,168	0,173	0,146	0,154	0,131
29	0,372	0,300	0,248	0,203	0,196	0,164	0,168	0,142	0,150	0,127
30	0,363	0,293	0,241	0,198	0,191	0,159	0,164	0,138	0,145	0,124
31	0,355	0,286	0,235	0,193	0,186	0,155	0,159	0,134	0,141	0,120
32	0,347	0,280	0,229	0,188	0,181	0,151	0,155	0,131	0,138	0,117
33	0,339	0,273	0,224	0,184	0,177	0,147	0,151	0,127	0,134	0,114
34	0,332	0,267	0,218	0,179	0,172	0,144	0,147	0,124	0,131	0,111
35	0,325	0,262	0,213	0,175	0,168	0,140	0,144	0,121	0,127	0,108
36	0,318	0,256	0,208	0,172	0,165	0,137	0,140	0,118	0,124	0,106
37	0,312	0,251	0,204	0,168	0,161	0,134	0,137	0,116	0,121	0,103
38	0,306	0,246	0,200	0,164	0,157	0,131	0,134	0,113	0,119	0,101
39	0,300	0,242	0,196	0,161	0,154	0,129	0,131	0,111	0,116	0,099
40	0,294	0,237	0,192	0,158	0,151	0,126	0,128	0,108	0,114	0,097

p: Verilen bir seviyede laboratuvar sayısı

n: Hücre başına deney sonuçlarının sayısı (Madde 7.3.3.3)

SONUÇLARIN ATILMASINDA
DİĞER BİR YÖNTEM

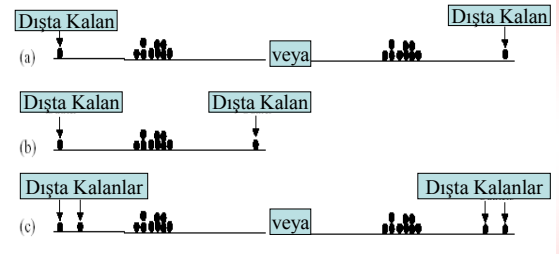
GRUBBS TESTİ

GRUBBS TESTİ

ORTALAMALARIN

ATILIP ATILMAYACAĞINI
TEST EDER

GRUBBS TESTİ



GRUBBS TESTİ-1
(En Küçük ve En Büyük)

$$i = 1, 2, 3, ..., n-2, n-1, n$$

$$G^{I}_{Düşük} = \frac{\overline{X} - X_1}{S}$$ En Küçük

$$G^{I}_{Yüksek} = \frac{X_n - \overline{X}}{S}$$ En Büyük

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}\left(X_i - \bar{X}\right)^2}$$

37

GRUBBS TESTİ -2
(En küçük ve En büyük)

$$G^{II} = \frac{X_n - X_i}{S}$$

38

GRUBBS TESTİ-3
(En büyük iki)

$$G^{III}_{Yüksek} = \frac{(n-3).S^2_{EnBüyük\,'2'\,Hariç}}{(n-1)S^2}$$

39

GRUBBS TESTİ-3
(En küçük iki)

$$G^{III}_{Küçük} = \frac{(n-3).S^2_{EnKüçük\,'2'\,Hariç}}{(n-1)S^2}$$

40

a - Deney istatistiği kendi kritik değerinin % 5'ine eşit veya bu değerden daha az ise, denenen madde doğru olarak kabul edilir.

b - Deney istatistiği kendi kritik değerinin % 5'inden büyük ve kendi kritik değerinin % 1'inden küçük veya buna eşit ise, denenen madde uzakta kalan olarak adlandırılır ve tek bir yıldız işareti ile işaretlenir.

c - Deney istatistiği kendi kritik değerinin % 1'inden daha büyük ise, madde istatistikî açıdan değerlendirme dışı bırakılan olarak adlandırılır ve çift yıldız işareti ile işaretlenir.

41

1- Bir değerlendirme dışı gözlemi için Grubbs deneyi uygulanır.

2- Eğer bir hücre değerlendirme dışı olarak yakalanırsa bu değer hariç tutulur ve diğer uç esas alınarak deney tekrarlanır. Ancak iki sınır dışı gözlem için uygulanmaz.

3- Grubbs deneyi bir hücre ortalamasını değerlendirme dışı olarak göstermez ise o zaman çift –grubbs testi uygulanır.

(TS 5800-2 ISO 5725-2)

42

Table A.2 Critical values for the Grubbs tests.

n	95% G'	95% G''	95% G'''	99% G'	99% G''	99% G'''
3	1.154	1.993	–	1.155	2.000	–
4	1.481	2.429	0.0002	1.496	2.445	0.0000
5	1.715	2.755	0.0090	1.764	2.803	0.0018
6	1.887	3.012	0.0349	1.973	3.095	0.0116
7	2.020	3.222	0.0708	2.139	3.338	0.0308
8	2.127	3.399	0.1101	2.274	3.543	0.0563
9	2.215	3.552	0.1492	2.387	3.720	0.0851
10	2.290	3.685	0.1864	2.482	3.875	0.1150
11	2.355	3.803	0.2213	2.564	4.012	0.1448
12	2.412	3.909	0.2537	2.636	4.134	0.1738
13	2.462	4.005	0.2836	2.699	4.244	0.2016
14	2.507	4.093	0.3112	2.755	4.344	0.2280
15	2.548	4.173	0.3367	2.806	4.435	0.2530
16	2.586	4.247	0.3603	2.852	4.519	0.2767
17	2.620	4.316	0.3822	2.894	4.597	0.2990
18	2.652	4.380	0.4025	2.932	4.669	0.3200
19	2.681	4.440	0.4214	2.968	4.737	0.3398
20	2.708	4.496	0.4391	3.001	4.800	0.3585
21	2.734	4.549	0.4556	3.031	4.859	0.3761
22	2.758	4.599	0.4711	3.060	4.914	0.3927
23	2.780	4.646	0.4857	3.087	4.967	0.4085
24	2.802	4.691	0.4994	3.112	5.017	0.4234
25	2.822	4.734	0.5123	3.135	5.064	0.4376
26	2.841	4.775	0.5245	3.158	5.109	0.4510
27	2.859	4.814	0.5360	3.179	5.151	0.4638
28	2.876	4.851	0.5470	3.199	5.192	0.4759
29	2.893	4.886	0.5574	3.218	5.231	0.4875
30	2.908	4.921	0.5672	3.236	5.268	0.4985
40	3.036	5.201	0.6445	3.381	5.571	0.5862
50	3.128	5.407	0.6996	3.482	5.790	0.6462
60	3.200	5.568	0.7343	3.560	5.960	0.6901
70	3.258	5.700	0.7630	3.622	6.098	0.7236
80	3.306	5.811	0.7856	3.673	6.213	0.7501
90	3.348	5.906	0.8040	3.716	6.311	0.7717
100	3.384	5.990	0.8192	3.754	6.397	0.7896

43

ÇİZELGE 5 - Grubbs Deneyi İçin Kritik Değerler

p	Bir en büyük veya bir en küçük		İki en büyük veya iki en küçük	
	% 1'den fazla	% 5'den fazla	% 1'den az	% 5'den az
3	1,155	1,155		
4	1,496	1,481	0,000 0	0,000 2
5	1,764	1,715	0,001 8	0,009 0
6	1,973	1,887	0,011 6	0,034 9
7	2,139	2,020	0,030 8	0,070 8
8	2,274	2,126	0,0 56 3	0,110 1
9	2,387	2,215	0,085 1	0,149 2
10	2,482	2,290	0,115 0	0,186 4
11	2,564	2,355	0,144 8	0,221 3
12	2,636	2,412	0,173 8	0,253 7
13	2,699	2,462	0,201 6	0,283 6
14	2,755	2,507	0,228 0	0,311 2
15	2,806	2,549	0,253 0	0,336 7
16	2,852	2,585	0,276 7	0,360 3
17	2,894	2,620	0,299 0	0,382 2
18	2,932	2,651	0,320 0	0,402 5
19	2,968	2,681	0,339 8	0,421 4
20	3,001	2,709	0,358 5	0,439 1
21	3,031	2,733	0,376 1	0,455 6
22	3,060	2,758	0,392 7	0,471 1
23	3,087	2,781	0,408 5	0,485 7
24	3,112	2,802	0,423 4	0,499 4
25	3,135	2,822	0,437 6	0,512 3
26	3,157	2,841	0,451 0	0,524 5
27	3,178	2,859	0,463 8	0,536 0
28	3,199	2,876	0,475 9	0,547 0
29	3,218	2,893	0,487 5	0,557 4
30	3,236	2,908	0,498 5	0,567 2
31	3,253	2,924	0,509 1	0,576 6
32	3,270	2,938	0,519 2	0,585 6
33	3,286	2,952	0,528 8	0,594 1
34	3,301	2,965	0,538 1	0,602 3
35	3,316	2,979	0,546 9	0,610 1
36	3,330	2,991	0,555 4	0,617 5
37	3,343	3,003	0,563 6	0,624 7
38	3,356	3,014	0,571 4	0,631 6
39	3,369	3,025	0,578 9	0,638 2
40	3,381	3,036	0,586 2	0,644 5

EK C'deki kaynaktan [4] Amerikan İstatistik Birliğinin izniyle alınmıştır.

p : Verilen bir seviyede laboratuvarların sayısı.

44

VERİLERİN İKİLİ KARŞILAŞTIRILMASI

45

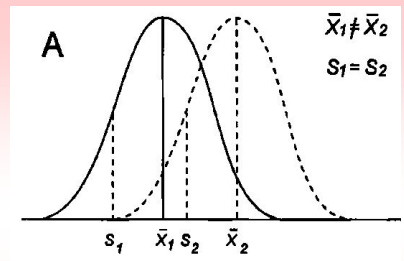
VERİLERİN KARŞILAŞTIRILMASI (2 li karşılaştırmalar)

- İKİ CİHAZ PERFORMANSI
- İKİ METOD PERFORMANSI
- BİR PROSEDÜRÜN FARKLI ZAMANLARDAKİ PERFORMANSI
- İKİ ANALİZCİNİN VEYA İKİ LABORATUVARIN KARŞILAŞTIRILMASI
- REFERANS ve KONTROL NUMUNELERİNDEN ELDE EDİLEN SONUÇLARIN KARŞILAŞTIRILMASI

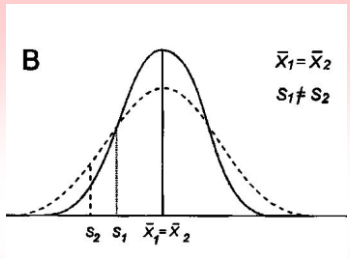
46

BU TİP KARŞILAŞTIRMALARDA EN KULLANIŞLI İSTATİSTİK ARAÇLARI "F" TEST, "t" TEST VE REGRESYON ANALİZİDİR. BU TESTLER NORMAL DAĞILIM GÖSTEREN İKİ VERİ DİZİSİNİN STANDART SAPMALARINI ve ORTALAMALARINI KARŞILAŞTIRARAK BUNLARIN BENZER OLUP OLMADIĞINI (AYNI POPÜLASYONA AİT OLUP OLMADIKLARINI) BELİRLER. İKİ VERİ DİZİSİNİ (n_1=n_2 KARŞILAŞTIRKEN 3 DURUMLA KARŞILAŞABİLİNİR.

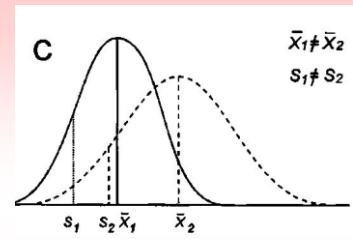
47



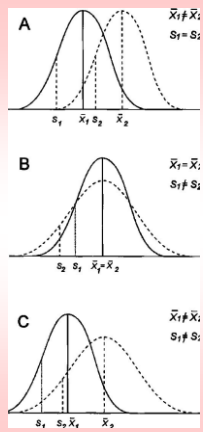
KESİNLİKLER(STANDART SAPMALAR) AYNI ORTALAMALAR(BİASLAR) FARKLIDIR



KESİNLİKLER(STANDART SAPMALAR) FARKLI ORTALAMALAR AYNI (BİAS YOK)



HEM KESİNLİKLER (STANDART SAPMALAR) HEMDE ORTALAMALAR (BİASLAR) FARKLI



51

S_1 ve S_2 STANDART SAPMALARIN "F" TEST;
X_{1ort} ve X_{2ort} ORTALAMALARIN "t" TEST

İLE KARŞILAŞTIRMALARINDA TEMEL "2" SORU SORULUR.

1- "A" ve "B" FARKLIMIDIR (İKİ YANLI TEST)
2- A, "B" DEN DAHAMI BÜYÜKTÜR YA DA DAHAMI KÜÇÜKTÜR (TEK YANLI TEST)

52

DENEY SAYISI 30 DAN KÜÇÜK İSE İKİ ŞEYİN ORTALAMASINI KARŞILAŞTIRMADAN ÖNCE GENEL OLARAK ÖNCE **"F" TEST** YAPILARAK STANDART SAPMALAR (KESİNLİKLER) KARŞILAŞTIRILIR. STANDART SAPMALAR ARASINDAKİ FARKIN ÖNEMLİ OLUP OLMADIĞI DURUMUNA GÖRE ORTALAMALAR YA **STUDENT "t" TEST** YA DA **COCHRAN "t" TEST** YAPILARAK KARŞILAŞTIRILIR.

53

İKİ VARYANSIN (STANDART SAPMANIN) KARŞILAŞTIRILMASI

54

“F” TESTİ

Soru:“F” Testi nedir? :

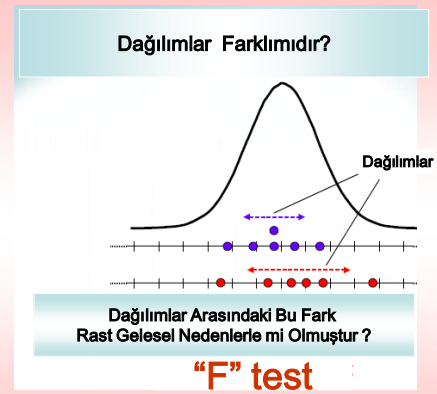
Cevap:iki ayrı gurup deney sonuç dağılımlarının aynı popülasyona ait olup olmadığını anlamak için bunları karşılaştırır.

Soru:”F” testi ile neler yapılabilir.

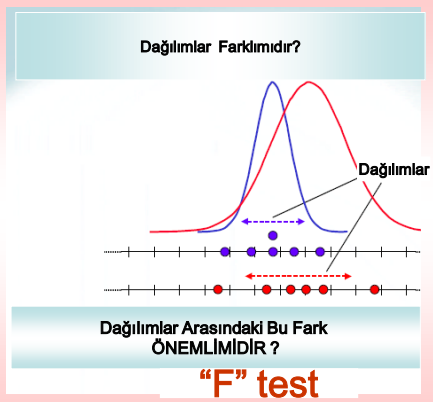
Cevap: a) Personel yeterliliğine karar vermek

b)İki metodun karşılaştırılması

55



56



57

KARŞILAŞTIRMA İKİ TÜRLÜ SORU SORULARAK YAPILABİLİR

1)İki standart sapmadan biri diğerinden farklımıdır?

Örnek: Metod “A” metod “B” ye göre daha kesin sonuçlar verip vermediğini test etmek istiyorum.

TEK YANLI TEST

2)İki standart sapma farklımıdır?

Örnek: Metod “A” ve metod “B” nin kesinlikleri birbirinden farklımıdır. Test etmek istiyorum.

ÇİFT YANLI TEST

58

KESİNLİKLERİN KARŞILAŞTIRILMASI İÇİN “F” TESTİ

İKİ VERİ DİZİSİNİN STANDART SAPMALARI

“S_1” ve “S_2”OLSUN.

VARYANSLAR BULUNUR.

“S^2_1” ve “ “ **S^2_2** ”

BÜYÜK VARYANSI KÜÇÜK VARYANSA BÖL

$S_1 > S_2$ ise

$$F_{cal} = \frac{S_1^2}{S_2^2}$$

59

S_1 , n_1 Adet deneyden;

S_2 , n_2 Adet deneyden hesaplanmış ise

S_1 ve S_2 nin serbestlik derecelerini bul

$V_1 = n_1 - 1$ $V_2 = n_2 - 1$.

V_1 ve V_2 değerlerinden yararlanarak uygun tablodan (tek veya çift yönlü) istenilen olasılıktaki, “F_{tab}” değerini bul.

Eğer $F_{cal} \leq F_{tab}$ ise o olasılıkta karşılaştırılan bu iki standart sapma (kesinlik) arasında istatistiksel açıdan önemli bir fark yoktur.

60

BÜYÜK VARYANS

KÜÇÜK VARYANS

F-Table for One-Tailed Test at $\alpha = 0.05$
(95% Confidence Level)

ν_2/ν_1*	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	∞
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	245.9	248.0	254.3
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.43	19.45	19.50
3	10.13	9.552	9.277	9.117	9.013	8.941	8.887	8.845	8.812	8.786	8.703	8.660	8.526
4	7.709	6.944	6.591	6.388	6.256	6.163	6.094	6.041	5.999	5.964	5.858	5.803	5.628
5	6.608	5.786	5.409	5.192	5.050	4.950	4.876	4.818	4.772	4.735	4.619	4.558	4.365
6	5.987	5.143	4.757	4.534	4.387	4.284	4.207	4.147	4.099	4.060	3.938	3.874	3.669
7	5.591	4.737	4.347	4.120	3.972	3.866	3.787	3.726	3.677	3.637	3.511	3.445	3.230
8	5.318	4.459	4.066	3.838	3.687	3.581	3.500	3.438	3.388	3.347	3.218	3.150	2.928
9	5.117	4.256	3.863	3.633	3.482	3.374	3.293	3.230	3.179	3.137	3.006	2.936	2.707
10	4.965	4.103	3.708	3.478	3.326	3.217	3.135	3.072	3.020	2.978	2.845	2.774	2.538
11	4.844	3.982	3.587	3.357	3.204	3.095	3.012	2.948	2.896	2.854	2.719	2.646	2.404
12	4.747	3.885	3.490	3.259	3.106	2.996	2.913	2.849	2.796	2.753	2.617	2.544	2.296
13	4.667	3.806	3.411	3.179	3.025	2.915	2.832	2.767	2.714	2.671	2.533	2.459	2.206
14	4.600	3.739	3.344	3.112	2.958	2.848	2.764	2.699	2.646	2.602	2.463	2.388	2.131
15	4.534	3.682	3.287	3.056	2.901	2.790	2.707	2.641	2.588	2.544	2.403	2.328	2.066
16	4.494	3.634	3.239	3.007	2.852	2.741	2.657	2.591	2.538	2.494	2.352	2.276	2.010
17	4.451	3.592	3.197	2.965	2.810	2.699	3.614	2.548	2.494	2.450	2.308	2.230	1.960
18	4.414	3.555	3.160	2.928	2.773	2.661	2.577	2.510	2.456	2.412	2.269	2.191	1.917
19	4.381	3.552	3.127	2.895	2.740	2.628	2.544	2.477	2.423	2.378	2.234	2.155	1.878
20	4.351	3.493	3.098	2.866	2.711	2.599	2.514	2.447	2.393	2.348	2.203	2.124	1.843
∞	3.842	2.996	2.605	2.372	2.214	2.099	2.010	1.938	1.880	1.831	1.666	1.570	1.000

*ν_1 = degrees of freedom in numerator; ν_2 = degrees of freedom in denominator.

61

BÜYÜK VARYANS

KÜÇÜK VARYANS

F-Table for Two-Tailed Test at $\alpha = 0.05$
(95% Confidence Level)

ν_2/ν_1*	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	∞
1	647.8	799.5	864.2	899.6	921.8	937.1	948.2	956.7	963.3	968.6	984.9	993.1	1018
2	38.51	39.00	39.17	39.25	39.30	39.33	39.36	39.37	39.39	39.40	39.43	39.45	39.498
3	17.44	16.04	15.44	15.10	14.88	14.73	14.62	14.54	14.47	14.42	14.25	14.17	13.902
4	12.22	10.65	9.979	9.605	9.364	9.197	9.074	8.980	8.905	8.844	8.657	8.560	8.257
5	10.01	8.434	7.764	7.388	7.146	6.978	6.853	6.757	6.681	6.619	6.428	6.329	6.015
6	8.813	7.260	6.599	6.227	5.988	5.820	5.695	5.600	5.523	5.461	5.269	5.168	4.849
7	8.073	6.542	5.890	5.523	5.285	5.119	4.995	4.899	4.823	4.761	4.568	4.467	4.142
8	7.571	6.059	5.416	5.053	4.817	4.652	4.529	4.433	4.357	4.295	4.101	3.999	3.670
9	7.209	5.715	5.078	4.718	4.484	4.320	4.197	4.102	4.026	3.964	3.769	3.667	3.333
10	6.937	5.456	4.826	4.468	4.236	4.072	3.950	3.855	3.779	3.717	3.522	3.419	3.080
11	6.724	5.256	4.630	4.275	4.044	3.881	3.759	3.664	3.588	3.526	3.330	3.226	2.883
12	6.544	5.096	4.474	4.121	3.891	3.728	3.607	3.512	3.436	3.374	3.177	3.073	2.725
13	6.414	4.965	4.347	3.996	3.767	3.604	3.483	3.388	3.312	3.250	3.053	2.948	2.596
14	6.298	4.857	4.242	3.892	3.663	3.501	3.380	3.285	3.209	3.147	2.949	2.844	2.487
15	6.200	4.765	4.153	3.804	3.576	3.415	3.293	3.199	3.123	3.060	2.862	2.756	2.395
16	6.115	4.687	4.077	3.729	3.502	3.341	3.219	3.125	3.049	2.986	2.788	2.681	2.316
17	6.042	4.619	4.011	3.665	3.438	3.277	3.156	3.061	2.985	2.922	2.723	2.616	2.247
18	5.978	4.560	3.954	3.608	3.382	3.221	3.100	3.005	2.929	2.866	2.667	2.559	2.187
19	5.922	4.508	3.903	3.559	3.333	3.172	3.051	2.956	2.880	2.817	2.617	2.509	2.133
20	5.871	4.461	3.859	3.515	3.289	3.128	3.007	2.913	2.837	2.774	2.573	2.464	2.085
∞	5.024	3.689	3.116	2.786	2.567	2.408	2.288	2.192	2.114	2.048	1.833	1.708	1.000

*ν_1 = degrees of freedom in numerator; ν_2 = degrees of freedom in denominator.

62

DENEY SAYISI ≤30 İSE İKİ ORTALAMAYI KARŞILAŞTIRMADAN ÖNCE YAPILAN "F" TEST SONUCUNDA İKİ OLASILIK ORTAYA ÇIKAR

1- STANDART SAPMALAR ARASINDA ÖNEMLİ FARK YOKTUR.

2- STANDART SAPMALAR ARASINDAKİ FARK ÖNEMLİDİR.

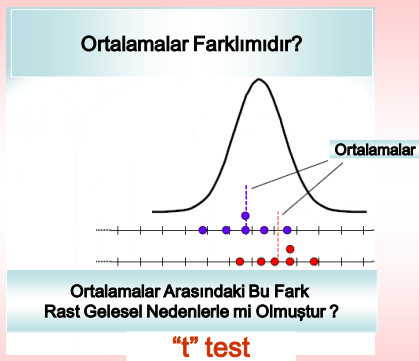
STANDART SAPMALAR ARASINDA ÖNEMLİ FARK YOKSA STUDENT "t" ;

STANDART SAPMALAR ARASINDAKİ FARK ÖNEMLİ İSE COCHRAN "t" TEST UYGULANIR

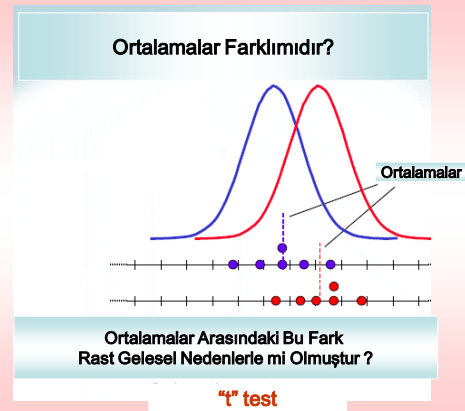
63

İKİ ORTALAMANIN KARŞILAŞTIRILMASI

64



65



66

STUDENT "t" TEST(Bias İçin)

A) İki Ayrı Deneye Ait Ölçüm Sonuçları Karşılaştırılabilir.

B) Ölçüm Sonucu Ortalaması İle Belirtilen (Bilinen/Referans) Değerin Karşılaştırılaması

C) İki Paralel Ölçüm Sonucu Karşılaştırılabilir.

67

A)STUDENT "t" TEST(Bias İçin)
(İKİ AYRI DENEY SONUCU)

n_1, n_2 <30 ve S1 ve S2 "F" Teste göre benzer ise iki seri data ortalaması iki şekilde karşılaştırılır

1

$$t_{cal} = \frac{\left|\bar{X}_1 - \bar{X}_2\right|}{S_P} \cdot \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

$$S_p = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

68

$\bar{X}_1 = 1.deney.seti.ortalaması$

$\bar{X}_2 = 2.deney.seti.ortalaması$

$n_1 = 1.deney.seti.deneysayısı$

$n_2 = 2.deney.seti.deney.sayısı$

$S_p = BirleşikSt\,\text{an}\,dartSapma$

$S_1 = 1.deney.seti.s\,\tan\,dart.sapma$

$S_2 = 2.deney.seti.s\,\tan\,dart.sapma$

69

BU TESTİ YAPMAK İÇİN KRİTİK "t_{tab}" DEĞERİ

"df" (veya "v") = N_1+ N_2 -2 SERBESTLİK DERECESİ İÇİN TABLODAN BULUNUR.

EĞER $t_{cal} \le t_{tab}$ İSE KARŞILAŞTIRILAN İKİ ORTALAMA DEĞER ARASINDA BELİRTİLEN OLASILIKTA (ÖRNEĞİN %95) ÖNEMLİ BİR FARK YOKTUR.

70

2

$$U = \left|\bar{X}_1 - \bar{X}_2\right|_u = t_{tab}.S_p.\sqrt{\frac{n_1 + n_2}{n_1.n_2}}$$

$$\left|\bar{X}_1 - \bar{X}_2\right| = \Delta$$

Eğer $\Delta \le U$ İse

$\bar{X}_1$ ve $\bar{X}_2$ arasında fark yok

71

B)STUDENT "t" TEST(Bias İçin)
BELİRTİLEN GERÇEK/ BİR DEĞERLE KARŞILAŞTIRMA

$$t_{cal} = \frac{(\bar{X} - \mu)}{S/\sqrt{n}}$$

$\bar{X} = DeneyleBulunanSonuçlarınOrtalaması$

$\mu = Bilinen/\text{Re}\,feransDeğer$

$S = \bar{X} = DeneyleBulunanSonuçlarınS\,\tan\,dartSapması$

$n = DeneySayısı$

72

C) STUDENT "t" TEST(Bias İçin)

İKİ PARALEL ÖLÇÜM SONUCU KARŞILAŞTIRILMASI

Paralel Tayin/Çiftli "t" Test

$$t_{cal} = \frac{|\bar{d}|}{S_d}.\sqrt{n}$$

$\bar{d} = ParelelİkiÖlçümFarklarınınOrtalaması$

$S_d = S\tan dartSapma$

$n = KarşılıklıYapılanToplamDeneySayısı$

73

df (VEYA ν) = n-1 SERBESTLİK DERECESİ İÇİN KRİTİK "t_{tab}" DEĞERİ TABLODAN BULUNUR.

EĞER $t_{caL} \leq t_{tab}$ İSE KARŞILAŞTIRILAN İKİ ORTALAMA DEĞER ARASINDA BELİRTİLEN OLASILIKTA (ÖRNEĞİN %95) ÖNEMLİ BİR FARK YOKTUR.

74

COCHRAN "t" TEST(Bias İçin)

n_1, n_2 **<30** ve **S1** ve **S2** "**F**" Teste göre **BENZER DEĞİLSE** iki seri data ortalaması iki şekilde karşılaştırılabilir

1)

$$t_{cal} = \frac{|\bar{X}_1 - \bar{X}_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}}$$

$t_1 = t_{tab} \Rightarrow n_1 - 1 serbestlik.derece\sin de$

$t_2 = t_{tab} \Rightarrow n_2 - 1 serbestlik.derece\sin de$

$$t_{tab} = \frac{t_1\frac{s_1^2}{n_1} + t_2\frac{s_2^2}{n_2}}{\frac{s_1^2}{n_1} + \frac{s_2^2}{n_2}}$$

75

2) veya

$$t_{cal} = \frac{|\bar{X}_1 - \bar{X}_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}}$$

$$SD = \left[\frac{\left(\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}\right)^2}{\frac{\left(S_1^2/n_1\right)^2}{n_1 - 1} + \frac{\left(S_2^2/n_2\right)^2}{n_2 - 1}}\right] = \left[\frac{\left(\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}\right)^2}{\frac{S_1^4}{n_1^2(n_1-1)} + \frac{S_2^4}{n_2^2(n_2-1)}}\right]$$

$SD = SerbestlikDerecesi(EnYakınTamSayıyaYuvarlatılmış)$

76

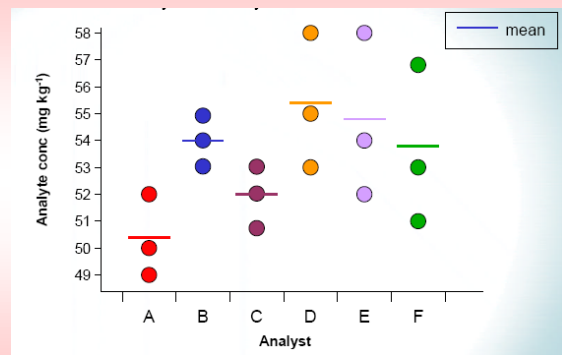
ANOVA (Varyans Analizi)

İkiden fazla sayıda verinin ARİTMETİK ORTALAMALARININ karşılaştırılması.

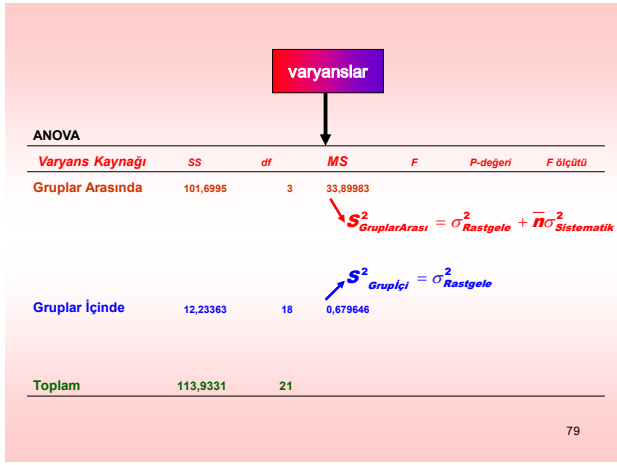
&

Tekrarlanabilirlik ve Uyarlık

77



78


varyanslar
ANOVA
Varyans Kaynağı SS df MS F P-değeri F ölçütü
Gruplar Arasında 101,6995 3 33,89983
$s^2_{GruplarArası} = \sigma^2_{Rastgele} + \bar{n}\sigma^2_{Sistematik}$
$s^2_{GrupİçiGruplar} = \sigma^2_{Rastgele}$
Gruplar İçinde 12,23363 18 0,679646
Toplam 113,9331 21
79



LABORATUVAR AKREDİTASYONU TEKNİK KOŞULLAR (5N+1K)

İbrahim AKDAĞ

1.ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ SEMPOZYUMU VE SERGİSİ
16-18 Mayıs 2013

LABORATUVAR AKREDİTASYONU TEKNİK KOŞULLAR (5N+1K)

İbrahim AKDAĞ

E-Posta: ibrahim@uzmanakreditasyon.com
Web: http: // www.uzmanakreditasyon.com

Konusunda 20+10 yıllık bilgi ve deneyimini sizinle paylaşmak için !

Seminer İçeriği

- Akreditasyon teknik Koşullar
- Personel Yeterliliği
- Yerleişm ve Çevre Koşulları
- Metotlar ve Validasyonu
- Cihaz validasyonu ve kalibrasyonu
- Ölçüm belirsizliği
- İzlenebilirlik
- Referans maddeler
- Yeterlilik testleri

Laboratuvar Akreditasyonu

Teknik Koşullar

- ✓5.1. Genel
- ✓5.2.Personel Yeterliliği
- ✓5.3.Yerleşim ve çevre koşulları
- ✓5.4.Test ve Analiz Metotları
- ✓5.5.Cihazlar
- ✓5.6.İzlenebilirlik
- ✓5.7.Örnek alma
- ✓5.8.Örneklerin taşınması ve saklanması
- ✓5.9. Test ve kalibrasyon sonuçlarının kalitesinin temini
- ✓5.10.Raporlama

Laboratuvar Akreditasyonu
Teknik Koşulların Sağlanması ve Bilimsellik

✓Akreditasyonun istenen kaliteyi sağlanması için teknik koşulların *bilimsel yönteme* yerine getirilmesi en önemli unsurdur.

✓Bilimsel yöntemlerin uygulanması *insan faktörüne bağlıdır.*

✓*Akreditasyon yeterli bilgi ve deneyim sahibi kişilerce uygulandığında istenen kalite artışını sağlayacaktır.*

✓*Konunun tarafları kişiler:*
Laboratuvar Personeli- Eğitim ve Danışmanlık-
TÜRKAK Denetçisi
(Etkili iletişim ve bilgi paylaşımı !!)

Amaca Uygun Faaliyet Gerçekleştirme İçin Etkili Bir Yöntem

5N +1K

- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Ne zaman yapılmalıdır?
- ✓ Nasıl yapılmalıdır ?
- ✓ Nerede
- ✓ Kim

5N +1K

- ✓ *Nedir ?*
- ✓ Planlanan faaliyetin amaca uygun olarak yapılmasını sağlayan bir yöntem.
- ✓ *Neden gereklidir?*
- ✓ Bu yöntem uygulanmadığında yapılan faaliyet amacına ulaşmayabilir. Problemlere sistematik yaklaşarak doğru çözüm ve uygulama *için gerekli ve zorunludur.*

5.2.Personel Yeterliliği

✓Her görev için gerekli personel nitelikleri belirlenmelidir.

✓Laboratuar personeli yaptıkları işlerde yetkin olmalıdır.

✓Personelin yaptığı işle ilgili performansı ölçülerek değerlendirilmelidir.

✓Yetkinliği kanıtlanmış personel yetkilendirilmelidir.

✓ Personelin yaptıkları işe uygun eğitimleri planlanmalı ve uygulanmalıdır.

5.3 Yerleşim ve çevre koşulları

- ✓ Çevre koşulları testlerin ve/veya kalibrasyonların doğru yapılmasını sağlayacak özellikte olmalıdır.
- ✓ Test ve kalibrasyon sonuçlarını etkileyebilecek yerleşim ve çevresel koşullar ve sınırları belirlenmelidir.
- ✓ Çevresel koşullar test ve/veya kalibrasyon sonuçlarını tehlikeye atıyorsa test ve/veya kalibrasyon durdurulmalıdır.
- ✓ Test ve kalibrasyon sonuçlarını etkileyebilecek parametreler
- ✓ Sıcaklık, nem, titreşim, toz, biyolojik sterillik,

5.4.Test ve Analiz Metotları

✓Metotların Seçimi

✓Amaca uygunluğunun kontrolü

✓Metot Validasyonu

✓Metodun rutin kullanımı sırasında kontrol altında tutulması (KK)

5.4 Test/kalibrasyon Metotları

5.4.2 Metotların seçilmesi

- ✓ Laboratuvar test ve/veya kalibrasyonlar için uygun metotlar kullanmalıdır.
- ✓ Müşterinin ihtiyaçlarına uygun ve tercihen ulusal, ve/veya uluslararası, metotları kullanmalıdır.
- ✓ Laboratuvar, *uygun ve mümkün ise,* bir standardın en son geçerli sürümünü kullandığından emin olmalıdır.
- ✓ *Metotlarından sapmaları*n validasyonu-doğrulaması yapıldıktan ve ve müşteri onayı alınarak yapılmalıdır.
- ✓ Laboratuvar, test ya da kalibrasyonlara başlamadan önce, standart metotları *doğru şekilde kullanabildiğini doğrulamak zorundadır.*

5.4 Metot validasyonu

- ✓ **5.4.5.1 Validasyon**, belirli bir kullanım amacına yönelik belirli şartların yerine getirildiğinin inceleme ve objektif deliller yoluyla doğrulanmasıdır.
- ✓ **5.4.5.2** Laboratuvar standart olmayan metotları, Laboratuvar tarafından geliştirilen metotları, asıl kapsamının dışında kullanılan standart metotları ve kapsamı değiştirilmiş olan standart metotları, bu metotların planlanan kullanıma uygun olduğunu doğrulamak için valide etmek zorundadır.
- ✓ Validasyon, ilgili uygulamada ya da uygulama alanındaki ihtiyaçları karşılamaya yetecek kadar kapsamlı olmalıdır.
- ✓ Laboratuvar, *alınan sonuçları, validasyon için kullanılan prosedürü ve metotların planlanan kullanım için uygun olduğunu kontrol etmelidir.*

Metot Validasyonu
5N+1K

✓Nedir ?

✓Neden gereklidir?

✓Ne zaman yapılmalıdır?

✓Nasıl yapılmalıdır ?

✓Nerede ?

✓Kim ?

Metot Validasyonu

Nedir ?

- ✓ Bir ölçüm prosedürünün belirlenen amaçlara uygunluğunun objektif olarak test edilerek yazılı delillerle kanıtlanmasıdır.
- ✓ Bir metodun performansını belirlemek için yapılan test ve ölçme işlemleridir.

Neden ?

- ✓ Bir metotla yapılan ölçümün sonuçları bir çok faktöre bağlıdır.(Laboratuvar koşulları, cihaz, kullanılan kimyasal madde , standart, operatör deneyimi)
- ✓ Bu nedenle laboratuvar kendi koşullarında metotla yaptığı test ve analiz sonuçlarının performansını belirlemelidir.

Metot Validasyonu

Ne zaman ?

- ✓ Herhangi bir metot bir laboratuvarda ilk defa uygulanacağı zaman
- ✓ Kullanılmakta olan metotta değişiklik yapıldığı zaman (değişiklik kapsamında)
- ✓ Valide edilmiş bir metot başka bir laboratuvarda kullanılacağı zaman veya farklı bir kişi veya farklı bir cihazla kullanılacağı zaman;
- ✓ Kalite kontrol testleri sonunda metodun performansında zamanla bir değişme olduğu anlaşıldığında
- ✓ Bir analiz için yeni metot geliştirildiği zaman

Nasıl ?
Validasyon Planı

- ✓ Analitik ölçüm gereksiniminin belirlenmesi
- ✓ Metot validasyon strateji planı yapılması
- ✓ Validasyon deneylerinin yapılması
- ✓ Validasyon raporunun hazırlanması
- ✓ Uygulama eğitimi ve transfer
- ✓ Kalite kontrol (istatiksel kalite kontrol)

Metot Validasyon Parametreleri

- ✓ *Ölçüm Metotları*
- ✓ Doğruluk (Accuracy)
- ✓ Tekrarlanabilirlik (Repeatability)
- ✓ Tekrar Üretilebilirlik (Reproducibility, Uyarlık)
- ✓ Ölçüm Aralığı (Range)

- ✓ *Test Metotları*
- ✓ Tekrarlanabilirlik,
- ✓ Tekrar üretilebilirlik
- ✓ Karşılaştırılabilir (Doğruluk ?)

Metot Validasyon Parametreleri

Analiz Metotları (kantitatif)

- ✓ Spesifiklik(Specifity)
- ✓ Seçicilik (Selectivity)
- ✓ Kesinlik(Precision)
  - ✓ Tekrarlanabilirlik(Repeatability)
  - ✓ Ara-Tekrarlanabilirlik(Intermediate Repeatability)
  - ✓ Tekrar Üretilebilirlik (Reproducibility)
- ✓ Doğruluk (Accuracy)
- ✓ Lineerlik (Linearity)
- ✓ Ölçüm Aralığı (Range)
- ✓ Tayin Limiti(Limit of detection, LOD)
- ✓ Ölçüm Limiti(Limit of quantitation, LOQ)
- ✓ Sağlamlık (Robustness/Ruggedness)

Ölçüm Belirsizliği 5N+1K

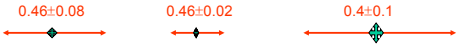
Ölçüm Belirsizliği (Ölçüm Kalitesi)

- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Ne zaman hesaplanmalıdır?
- ✓ Nasıl hesaplanır ?
- ✓ Nerede ?
- ✓ Kim ?

Ölçüm Belirsizliği

Ölçüm belirsizliği nedir ?

- Ölçüm sonucu ile beraber yer alan ve ölçülen büyüklüğe makul bir şekilde karşılık gelebilecek değerlerin dağılımını karakterize eden parametredir.
- Ölçüm sonucunun kalitesinin bir göstergesidir.



Ölçüm Belirsizliği

Neden gereklidir ?

- ✓ Ölçüm sonucuna göre karar oluştururken önemlidir.
- ✓ Ölçüm sonuçlarını karşılaştırırken önemlidir.
- ✓ Limitlere uygunluğa karar verirken önemlidir.

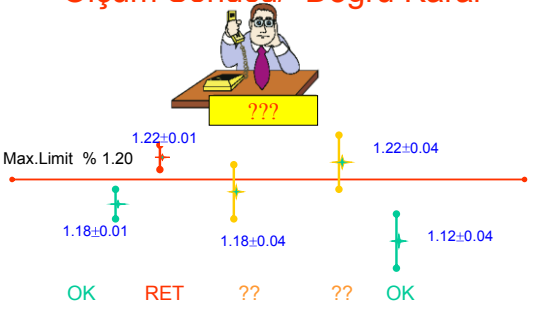
Belirsizlik değeri ne anlam ifade eder ?

- ✓ Bir sonucun ne kadar doğru olduğunun bilinmesi gerekir.
- ✓ Ancak sonuçların dağılımını belirleyerek doğruluğunu belirlenebilir.

Belirsizlik sonuçların şüpheli olduğunu mu gösterir?

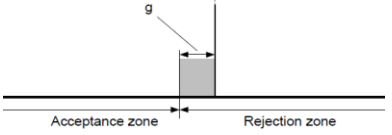
- ✓ Belirsizlik sonuçların doğruluğunun şüpheli olduğunu göstermez.
- ✓ Tam tersine ölçümün valide edilmiş metotla-prosedürle yapıldığını gösteren bir kanıttır.

Ölçüm Sonucu/ Doğru Karar

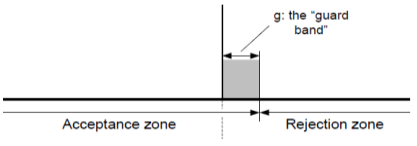


Ölçüm Sonucu-Belirsizlik/ Uygunluk Değerlendirme

Max . Limit-1- Riskin üretici tarafından üstlenilmesi



2- Max. Limit -Riskin tüketici tarafından üstlenilmesi



Ölçüm Belirsizliği

Ölçüm belirsizliği ne zaman hesaplanmalıdır ?

- ✓ Analiz metodu ilk defa uygulanacağı zaman metot validasyonu yapıldıktan sonra ölçüm belirsizliği hesaplanmalıdır.
- ✓ Hesaplanan ölçüm belirsizliği analiz sonucunun kullanım amacına uygunsa bu metot rutin olarak analiz amacıyla kullanılmalıdır.
- ✓ Hesaplanan belirsizlik amaca uygun değilse (karar vermek için yeterli belirsizlikte değilse) ya başka metot seçilmeli veya metotta gerekli iyileştirmeler uygulanarak istenen belirsizlik değeri elde edilmelidir.

Ölçüm Belirsizliği

Ölçüm belirsizliği nasıl hesaplanmalıdır ?

- ✓ Laboratuvarın ölçüm belirsizliği hesaplamak için bir prosedürü olmalıdır.
- ✓ Belirsizliğe etki eden tüm faktörler incelenmeli ve katkısı değerlendirilmelidir
- ✓ Metot validasyon verilerine ve metot parametrelerine bağlı olarak belirsizlik değerleri hesaplanmalıdır
- ✓ Ölçüm belirsizliği kaynaklarının doğru olarak belirlenmesi ve değerlendirmesi belli bir deneyim gerektirmektedir.

Ölçüm Belirsizliği

Kim hesaplanmalıdır ?

- ✓ Metot Validasyonu ve Ölçüm belirsizliği konusunda eğitim almış yeterli bilgi ve deneyime sahip personel tarafından hesaplanmalıdır.
- ✓ Ölçüm belirsizliğinin doğru tahmin ve hesaplanması belli bir bilgi-deneyim gerektirir.
- ✓ Ölçme ,test, analizin bilimsel prensiplerini anlamalı
- ✓ İstatistik konusunda yeterli bilgi
- ✓ Metroloji bilgisi

Ölçümün prensibini anlamalı ve belirsizlik hesaplamada deneyimli olmalı !!

Cihaz Kalibrasyonu 5N+1K

- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Ne zaman yapılmalıdır?
- ✓ Nasıl yapılmalıdır ?
- ✓ Nerede ?
- ✓ Kim ?

Validasyon /Kualifikasyon

- ✓ *Validasyon* bir cihazın veya sistemin belirlenen spesifik koşulları yerine getirdiğinin test edilerek onaylanmasıdır.
- ✓ *Verifikasyon (Doğrulama)* bir cihazın veya sistemin belirli koşulları yerine getirdiğinin doğrulanması (test içermez).
- ✓ *Kalifikasyon* ise validasyon sürecinin belli bir bölümünü oluşturan kısmının performansını ölçmek için yapılan testlerdir.
- ✓ *Kalibrasyon:* Belli koşullarda bir ölçüm cihazının gösterdiği değer ile değeri bilinen ölçülen büyüklük arasındaki ilişkiyi belirlemek için yapılan işlemlerdir.

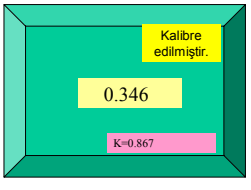
Kalibrasyon ?

- ➢ Belirli koşullar altında, bir ölçme cihazı veya ölçme sisteminin gösterdiği değerler veya bir referans malzemenin verdiği değerler ile ölçüm standartları ile gerçekleştirilen bunlara karşılık gelen değerler arasındaki ilişkiyi kuran işlemler dizisi.
- ➢ Ölçüm cihazı sinyali ile ölçümü yapılan büyüklük arasındaki bağıntıyı belirleme işlemi
- ➢ *Cihaz kalibrasyonu:* Ölçüm cihazının fiziksel parametrelerinin kalibrasyonu (örneğin dalga boyu, absorbans, akış hızı gibi)
- ➢ *Analitik kalibrasyon:* Analiz edilen kimyasal madde konsantrasyonu ile ölçüm cihazından elde edilen sinyal arasındaki bağıntıyı belirleme işlemi

Kalibrasyon

- ✓ *Kalibrasyon:* Belli koşullarda bir ölçüm cihazının gösterdiği değer ile referansın gösterdiği değer arasındaki ilişkiyi belirlemek için yapılan işlemlerdir.
- ✓ Kalibrasyon sonucunda ölçüm cihazının gösterdiği değerin referans değerle farkı belirlenir.
- ✓ Ölçüm cihazının kalibrasyon belirsizliği belirlenir.
- ✓ Kalibrasyon aslında bir gözlemdir ve ayar işlemi içermez ???

Fiziksel Kalibrasyon



Ölçüm Cihazı



Referans: 0.300

Kalibrasyon= Karşılaştırma f(cihaz)=k*Standart

Kalibrasyon= Karşılaştırma k=0.300/0.346=0.667

Kimyasal analizlerde analitik cihazının işlevi

Analitik Cihazın Performans Özellikleri

- ✓ Tekrarlanabilirlik
- ✓ Hassasiyet
- ✓ Spesifiklik
- ✓ Lineer Ölçüm Aralığı

UV Spektrofotometre Dalga Boyu Kalibrasyonu

Cihaz	UVSpectrophotometer			
Cihaz seri No	52413			
Kalibrasyon tarihi	12.12.2001			
Sıcaklık	24			
Kalibrasyonu Yapan				
Band Genişliği	2 nm			
Filtre Cinsi	Holium Oksi Seri No:		4587986A	
Filtre Dalga Boyu(nm)	Ölçülen Dalga Boyu(nm)	Dalga Boyu Tolerans(nm)	fark(nm)	Sonuç
279.3	279.1	0.3	0.2	KABUL
287.4	287.2	0.3	0.2	KABUL
360.9	360.7	0.3	0.2	KABUL
418.7	418.5	0.3	0.2	KABUL
453.2	453.1	0.3	0.1	KABUL
536.2	536.1	0.3	0.1	KABUL
656.1	655.9	0.3	0.2	KABUL

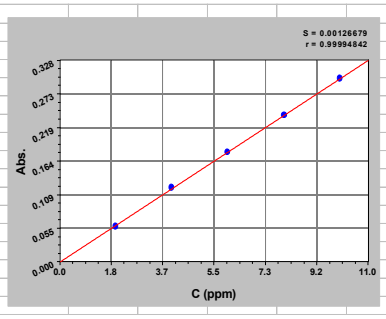
UV Analitik Kalibrasyon

Normal Kalibrasyon

C(ppm)	Abs.
0	0.000
2	0.058
4	0.121
6	0.178
8	0.238
10	0.298

Örnek	0.162
Cör(ppm)	5.4

Linear Fit:	y=a+bx
Coefficient	Data:
a =	-0.00024
b =	0.029814



5.6.İzlenebilirlik

İzlenebilirlik 4N

- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Nasıl sağlanır ?
- ✓ Neler gerekir?

Nedir ?

- İzlenebilirlik bir ölçüm sonucunun veya bir *standardın değerinin* belirli referanslarla, genellikle ulusal veya uluslar arası standartlarla, tamamının *ölçüm belirsizliği belirlenmiş* olan *kesintisiz* bir karşılaştırmalı bir ölçüm zinciri ile ilişkilendirilebilmesi özelliğidir.

Neden gereklidir ?

- Farklı yerlerde ve zamanlarda yapılan ölçüm sonuçlarının kalitesini (güvenilirliğini) karşılaştırabilmek için ölçüm sonuçları ortak bir referansa karşı izlenebilir olmalıdır.

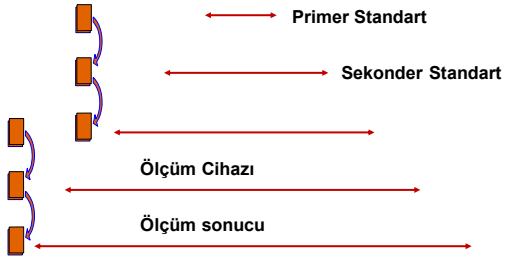
37

Ölçüm Sonuçları/Karşılaştırılabilirlik

- Herhangi bir ülkede yapılan bir ölçüm sonucunun diğer bir ülkede *tekrarına* gerek kalmadan *güvenilir* olarak kabul edilmesi gerekmektedir.
- Bu amacı gerçekleştirmek için kimyasal ölçümlerin *karşılaştırılabilir* olması zorunludur.
- *Karşılaştırılabilir* ölçüm sonucu ancak yapılan ölçümün ortak bir referansa karşı *izlenebilir* olması ile mümkündür.
- İzlenebilirlik ölçüm sonuçlarının karşılaştırılabilir olmasını sağlamak için gerekli bir *araçtır.*

38

Nasıl?
Fiziksel Ölçümler İzlenebilirlik Zinciri



39

Nasıl?
Kimyasal Ölçümler İzlenebilirlik Zinciri

- Kimyasal ölçümle madde miktarı belirlenirken maddenin değişik özellikleri ölçülerek madde miktarı belirlenir.
- Bu ölçümler, kütle, hacim, sıcaklık, maddeyi tanımlama(identification), referansla karşılaştırma (kalibrasyon yani madde miktarı -sinyal bağıntısı) ölçümleri yapılmaktadır.
- Madde miktarını belirlemek için yapılan ölçümlerin her biri izlenebilir olmalıdır.

40

Nasıl?
Kimyasal Ölçümler İzlenebilirlik Zinciri

- Analitik ölçümlerde çoğunlukla kullanılan referansın toplam belirsizliğe katkısı ölçüm prosedürünü uygulamadan gelen belirsizliğin yanında daha küçüktür.
- Bu nedenle analitik ölçümlerde(kimyasal ölçümlerde) ölçüm prosedürünün belirsizliğini belirlemek büyük önem taşır.
- Ölçüm prosedürünün-metodunun validasyonu ile ölçüm metodunun belirsizliğinin hesaplanması için gerekli verilerin bir çoğu belirlenebilir.
- Bu nedenle analitik ölçümlerde kullanılan metodun validasyonu büyük önem taşır.

41

Nasıl ?
Kimyasal Analizlerde İzlenebilirliği Sağlamanın Araçları

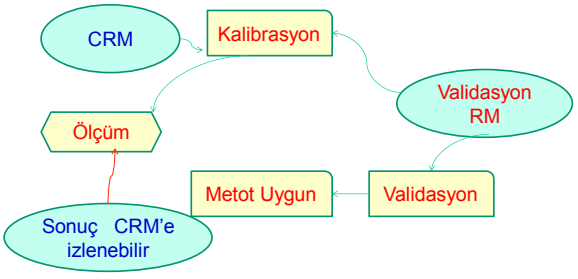
- Ölçüm yapan laboratuar genellikle izlenebilirlik zincirinin uç noktasında ölçüm yapmaktadır.
- Bu nedenle ölçüm için kullandığı tüm referansların izlenebilir olmasını ve belirsizlik değerlerini bilmesi gerekmektedir.
- Bunun yanında ölçüm prosedürünü uygulamadan gelen belirsizliği de doğru olarak hesaplamalıdır.
- Ölçüm yapan laboratuvarın izlenebilir ölçüm yapabilmesi için tüm bu referansları belirleme , ölçüm prosedürünü doğru olarak gerçekleştirme bilgi ve deneyimine sahip olması ve gerektiğinde yeterliliği akreditasyonla kanıtlaması gerekmektedir.

42

Nasıl?
Kimyasal Ölçümler İzlenebilirliğin Sağlanması

1. Primer ölçüm metodu kullanarak
2. Saf standartlarla ölçüm sistemini kalibrasyonunu yaparak
3. Sertifikalı referans madde kullanarak ölçüm yaparak
4. Belirlenmiş ve kabul edilmiş bir ölçüm yöntemi uygulayarak

Nasıl?
İzlenebilirliğin Sağlanması



Referans Maddeler

Referans Madde

- *Referans madde:* Özelliği iyi bilinen kararlı ve homojen olan ve ölçüm cihazının kalibrasyonunda, metot validasyonunda, kullanılan maddelerdir.
- *Sertifikalı referans madde:* İzlenebilir bir metotla değeri belirlenmiş ve belirsizlik değeri belirtilmiş ve sertifikalandırılmış maddelerdir.

Referans Maddelerin Kullanım Alanları

- Ölçüm sisteminin kalibrasyonunda
- Analitik metodun performansının ölçülmesinde
- Ölçüm skalasının tanımlanmasında (pH skalası)
- Yeterlilik Test Çalışmalarında
- Ölçüm izlenebilirliğinin sağlanmasında
  - Saf referans maddeler genellikle kalibrasyon amacıyla kullanılır
  - Matriks referans maddeler ise metot geliştirme ve metot validasyonu amacıyla kullanılır

Referans Maddeler

- Referans madde bir ölçüm yapılırken karşılaştırmada referans olarak alınan maddelerdir.

Referans maddeler:

- Analitik kalibrasyon amacıyla
- Metot Validasyonu amacıyla
- Ölçüm cihazlarının performansını ölçmek amacıyla
- Laboratuvarlar arası karşılaştırmalarda
- Metot geliştirmek amacıyla kullanılmaktadır
- Ölçüm izlenebilirliğinin sağlanmasında
- Yeterlilik Test Çalışmalarında

Referans Maddeler Sınıflandırma

Referans maddeler özelliklerine göre aşağıdaki gibi sınıflandırılabilirler

- Primer Referans Maddeler(PRM)
- Sertifikalı Referans Maddeler (CRM)
- Çalışma Referans Maddeler (WRM)
  - Matriks Referans Maddeler
  - Saf Referans Maddeler

Yeterlilik Testleri

Nedir ?
Yeterlilik Testi (Proficiency test)

- Yeterlilik testi bir laboratuarlar arası karşılaştırma testidir.
- Yeterlilik testi laboratuarların belli bir testi yapma performansını değerlendirir.
- Yeterlilik testi laboratuarın performansını laboratuarlar arası test karşılaştırmaları ile ölçen bir dış denetim testidir.
- Performans ölçümü Z-skoru olarak bilinen hesaplama ile ölçülür.

$$Z = \frac{(x_i - x_{Ref})}{\sigma}$$

Z Z skoru
x_i Katılımcı laboratuar sonucu
x_{Ref} Test maddesinin referans değeri
σ Hedef standart sapma

Neden?
Yeterlilik Testlerine Neden Gereksinim Duyuluyor?

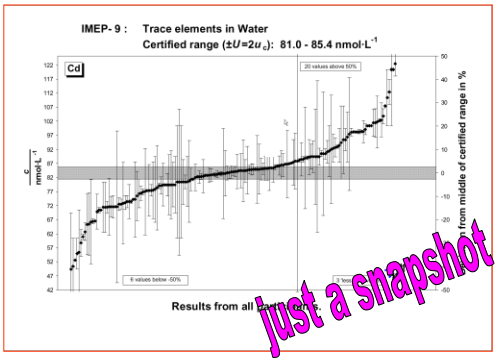
- Analitik test ve ölçümlerin sonucunun güvenilir ve karşılaştırılabilir olması temel bir gereksinimdir.
- Aynı analizi yapan laboratuarların analiz sonuçları arasında önemli farklar olmaktadır.
- Değişik laboratuarların analiz performansı birbirinden büyük oranda farklılık gösterebilmektedir.

Bunun Başlıca Nedeni:

- Kimyasal ölçümlerin sonucunu etkileyen faktörlerin çokluğu
- Güvenilir ölçüm yapmak için kullanılan araçların çokluğu
- Laboratuvarların bu araçları kullanma performansının büyük farklılık göstermesi

Yeterlilik Testleri Amaçları

- Farklı laboratuvarların kalitelerini karşılaştırma olanağı amacıyla
- Test ve analiz metotlarının performansının değerlendirilmesini amacıyla
- Laboratuvarların ölçüm performanslarını geliştirmeye teşvik etmek
- Analitik kalite kontrol araçlarının kullanımını teşvik etmek (diğer araçlar IQC, referans madde)
- Laboratuvarların kendilerini değerlendirmelerini sağlamak ve eksikliklerini giderme fırsatı sağlamak
- Laboratuvarın eksikliklerini belirleme ve giderme olanağı sağlar
- Laboratuvarın müşterilere karşı güven vermesini sağlar



İç Kalite Kotrol

Laboratuvar Performansının Sürekliliği (Kalite Kontrol)

- ✓ Laboratuvar performansının sürdürülmesi için test ve analiz sürecinin belli noktalarında kalite kontrol işlemleri yapılmalıdır.
- ✓ Laboratuvar içinde yapılan bu kontrol işlemlerine İç Kalite Kontrol denir.
- ✓ Planlanan İç kalite Kontrol işlemleri yapılan test ve analiz işinin kapsamına uygun ve yeterli olmalıdır.

İç Kalite Kontrol Planı

- ✓ İç kalite kontrol iki ana başlık altında yapılmalıdır.
- ✓ 1-Analizin sürecinin değişik aşamalarında yapılan kontroller
- ✓ 2-Son analiz sonucunun kontrolü
  - ✓ Tekrarlanabilirlik,
  - ✓ Tekrar üretilebilirlik,
  - ✓ Doğruluk
  - ✓ LOQ

Analiz Aşamasında Yapılan Kontroller

Cihazla yapılan analizlerde Analitik sistemin uygun olduğunu kontrol için yapılan kontroller.

- ✓ *Başlangıçta sistemin kontrolü (Sistem Uygunluğu Kontrolü - System Suitability Check)*
- ✓ Hassasiyet Kontrolü
- ✓ Spesifiklik Kontrolü (Girişim veya kromatografik ayırım)
- ✓ Kalibrasyon grafiği lineerlik kontrolü

Analiz süresince yapılan ara kontroller:

- ✓ Kalibrasyon kontrolü, (kayma)

Analiz Sonucu İzlenerek Kontrol

Analiz sonucu hesaplandıktan sonra sonuçların karşılaştırılarak kontrol edilmesi.

- ✓ Tekrarlanabilirlik kontrolü
- ✓ Tekrar Üretilebilirlik Kontrolü
- ✓ Doğruluk Kontrolü (Hata Kontrolü, Geri Kazanım)
- ✓ LOQ Kontrol

Referanslar

- ✓ *The Fitness for Purpose of Analytical Methods A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics EURACHEM Guide*
- ✓ *European cooperation for Accreditation of Laboratories Validation of Test Methods General principles and concepts(EAL-P11)*
- ✓ *Validation of Analytical Methods Review and Strategy (LC/GC International February 1998, 96-105)*
- ✓ *Analytical Procedures and Methods Validation , DRAFT GUIDANCE U.S. Department of Health and Human Services Food and Drug Administration August 2000 CMC*
- ✓ *ISO 8258-1991 Shewhart Control Chats*
- ✓ *ISO 5725-6 Accuracy of measurement methods and results*
- ✓ *EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement Third Edition* QUAM:2012.

Referanslar

- ✓ The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement M3003-UKAS EDITION 2 JANUARY 2007
- ✓ *ISO Guide to Expression of Uncertainty in Measurement* (JCGM 100:2008JCGM 100:2008)
- ✓ *Measurement Uncertainty : Approaches to the evaluation of uncertainties with recovery Vicki J. Barwick and Stephen L. R. Ellison Analyst. 1999.124.981-990*
- ✓ HANDBOOK FOR CALCULATION OF MEASUREMENT UNCERTAINTY IN ENVIRONMENTAL LABORATORIES NORDTEST REPORT EDITION 2 Bertil Magnusson.
- ✓ *Practical Statistics for the Analytical Scientist. A Bench Guide. T. J. Farrant. Royal Society of Chemistry. Cambridge. UK. 1997. ISBN 0-85404 442 6.*
- ✓ *V. J. Barwick and S. L. R. Ellison. Evaluating uncertainties associated with recovery. 1998. VAM Technical Report. LGC/VAM/1998/052.*

TS EN ISO 17025 KAPSAMINDA FARKLILIKLARIYLA

METOD VALİDASYONU VE METOT TEYİT ÇALIŞMALARI

B. Taylan ÇORUH
Kimya Mühendisi

1. ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU ve GÜVENLİĞİ SEMPOZYUMU

TS EN ISO 17025 KAPSAMINDA FARKLILIKLARIYLA METOD VALİDASYONU VE METOT TEYİT ÇALIŞMALARI

B. Taylan ÇORUH
Kim. Müh

1

5.4 Deney ve kalibrasyon metotları ve metodun geçerli kılınması

5.4 Test and calibration methods and method validation

Deney ve kalibrasyon metotlarından sapmalara ancak, bunlar doküman haline getirildiğinde, teknik olarak haklı bulunduğunda, yetkilendirme yapıldığında ve müşteri tarafından kabul edildiğinde izin verilebilir

5.4.2 Metotların seçilmesi

Laboratuvar, müşterilerinin ihtiyaçlarını karşılayabilen ve uygulanacak deney ve/veya kalibrasyon metotlarına uygun, numune alma metodunu da içeren deney ve/veya kalibrasyon metotlarını kullanmalıdır. Tercihan, uluslararası, bölgesel veya ulusal standardlarda yer alan metotlar kullanılmalıdır. Laboratuvar, uygun ya da mümkün olmaması dışında standardların en son ve geçerli baskısının kullanılmasını sağlamalıdır. Tutarlı bir uygulamayı sağlamak üzere, gerekli olduğunda standard ayrıntılarla desteklenmelidir.

Müşteri, kullanılacak metodu belirtmemiş ise laboratuvar uluslararası, bölgesel veya ulusal standardlarda veya güvenilir bir teknik kuruluş tarafından veya ilgili bilimsel yayınlarda veya dergilerde yayınlanmış olan veya cihazı imal eden firma tarafından belirtilmiş olan uygun metotları seçmelidir. Laboratuvarda geliştirilmiş metotlar veya laboratuvarca benimsenen metotlar, amaçlanan kullanım için uygunlarsa ve geçerli kılınmışlarsa kullanılabilirler. Müşteri, seçilen metottan haberdar edilmelidir. Laboratuvar, seçilmiş olan metod prosedürlere ve kalibrasyonlara uygulanmadan önce, standard metotları uygulayabilildiğini teyit etmelidir. Standard metot değişirse doğrulama tekrarlanmalıdır.

validated — confirmation

5.4.5 Metotların geçerli kılınması

5.4.5.1 Geçerli kılma, özel amaçlı bir kullanım için gerekli şartların yerine getirildiğinin inceleme sonucunda doğrulanması ve nesnel bir delilin elde edilmesidir.

5.4.5.2 Laboratuvar, 1 standard olmayan metotları 2 laboratuvarda tasarımlanmış/geliştirilmiş metotları, 3 amaçlanan kapsamları dışında kullanılan standard metotları 4 ilâvelerle takviye edilmiş veya değiştirilmiş standard metotları, amaçlanan kullanıma uygun olduklarını teyit etmek için geçerli kılmalıdır. Geçerli kılma, yapılacak uygulama veya uygulama alanının ihtiyaçlarını da karşılayacak kapsamda olmalıdır. Laboratuvar, elde edilen sonuçları ve geçerli kılma için kullanılan prosedürü ve metodun amaçlanan kullanıma uygun olup olmadığını belirten bir ifadeyi kaydetmelidir.

Not 1 - Geçerli kılma, numune alma, taşıma ve nakil ile ilgili prosedürleri içerebilir.

Not 2 - Bir metodun performansının (çalışmasının) belirlenmesi için kullanılan teknikler, aşağıdakilerden biri veya bunların birlikte uygulanması olmalıdır:
- Referans standardlar veya referans malzemeler kullanarak kalibrasyon,
- Diğer metotlardan elde edilen sonuçlarla karşılaştırma,
- Laboratuvarlar arası karşılaştırma,
- Sonucu etkileyen faktörlerin sistematik bir değerlendirmesi,
- Metodun teorik prensiplerinin bilimsel olarak anlaşılması ve uygulama sırasında elde edilen deneyime dayanılarak sonuçların belirsizliğinin değerlendirilmesi.

Not 3 - Geçerli kılınmış standard olmayan metotlarda bazı değişiklikler yapıldığında, bu değişikliklerin etkisi doküman haline getirilmeli ve uygunsa yeni geçerli kılma işlemi yapılmalıdır.

5.4.5.3 The range and accuracy of the values obtainable from validated methods (e.g. the uncertainty of the results, detection limit, selectivity of the method, linearity, limit of repeatability and/or reproducibility, robustness against external influences and/or cross-sensitivity against interference from the matrix of the sample/test object), as assessed for the intended use, shall be relevant to the customers' needs.

5.4.5.3 Geçerli kılınmış metotlardan elde edilebilen değerlerin aralığı ve doğruluğu (meselâ, sonuçların belirsizliği, gözlenebilme sınırı, metodun seçiciliği, doğrusallık, tekrarlanabilirlik ve/veya uyarlık sınırı, dış faktörlere ve/veya numune/deney parçası matrisinden gelen girişimlere olan duyarlılığa karşı dayanıklılık) kullanım amacına göre değerlendirilmeli ve bunlar müşterinin ihtiyaçlarına uygun olmalıdır.

Not 1 - Geçerli kılma, şartların tanımlanmasını, metotların özelliklerinin belirlenmesini, bu metodun kullanılmasıyla şartların yerine getirilebileceğinin doğrulanmasını ve geçerli kılma ile ilgili bir ifadeyi içermelidir.

Not 2 - Metodun geliştirilmesi devam ederken, müşterinin ihtiyaçlarının hâlâ yerine getirildiğinin ispatlanması için düzenli olarak gözden geçirme gereklidir. Geliştirme plânında yeni düzenlemeler gerektiren herhangi bir değişiklik onaylanmalı ve uygulanması için yetki verilmelidir.

Not 3 - Geçerli kılma, daima maliyetler, riskler ve teknik olasılıklar arasındaki bir dengedir. Bilgi eksikliği nedeniyle ölçme aralığının ve belirsizliğinin sadece basitleştirilmiş yollarla verilebildiği birçok durum (meselâ, doğruluk, gözlenebilme sınırı, seçicilik, doğrusallık, tekrarlanabilirlik, uyarlık, kesinlik ve karşılıklı-hassasiyet) vardır.

TECHNICAL SPECIFICATION

ISO/TS 13530

First edition
2009-03-15

Water quality — Guidance on analytical quality control for chemical and physicochemical water analysis

TÜRK STANDARDI
TURKISH STANDARD

TS 13134
Şubat 2005

ICS 01.020; 01.120

MİKROBİYOLOJİ LABORATUVARLARININ AKREDİTASYONU – TS EN ISO/IEC 17025 "DENEY VE KALİBRASYON LABORATUVARLARININ YETERLİLİĞİ İÇİN GENEL ŞARTLAR" STANDARDININ UYGULANMASI REHBERİ

Accreditation for microbiological laboratories-Guidance on the application of EN ISO/IEC 17025 "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories"

6

6 Deney metotlarının geçerli kılınması
ISO 17025 Madde 5.4.5

6.1 Mikrobiyolojik deney metotlarının geçerli hale getirilmesi gerçek deney şartlarını yansıtmalıdır. Bu doğal olarak bulaşmış ürünleri ve önceden belirlenmiş seviyede organizma bulaştırılmış ürünler kullanılarak gerçekleştirilebilir. Deneyi yapan personel, bulaşmış organizmanın doğal olarak bulunan bulaşıcılar oluşturduğu bir matrise gelişigüzel eklenmesi, bulaşmanın benzemesi olduğunu bilmelidir. Bununla birlikte bu yaklaşım, elde bulunan en iyi ve tek çözümdür. Gerekli olan geçerli kılma işleminin kapsamı, metoda ve uygulamaya bağlıdır.

Laboratuvar, standard prosedürlerde belirtilmeyen matrislere uygulanan standard metotları dokümante edilmelidir.

6.2 Sonuçların saptanmış/saptanmamış şeklinde ifade edilen nitel mikrobiyolojik deney metotlarında ve prosedürlerin teyit edilmesi ve belirlenmesi, uygun olduğunda, özgünlüğünü, duyarlığını, göreceli doğruluğunu, pozitif sapmasını, negatif sapmasını, saptama sınırını, matris etkisini, tekrarlanabilirliğini ve uyarlığını (Tanımları Ek A'da verilmiştir) doğrulanmalıdır.

4 Validation of test methods

4.1 The validation of microbiological test methods should reflect actual test conditions. This may be achieved by using naturally contaminated products or products spiked with a predetermined level of contaminating organisms. The analyst should be aware that the addition of contaminating organisms to a matrix only mimics in a superficial way the presence of the naturally occurring contaminants. However, it is often the best and only solution available. The extent of validation necessary will depend on the method and the application.

The laboratory shall validate standard methods applied to matrices not specified in the standard procedure.

4.2 Qualitative microbiological test methods, such as where the result is expressed in terms of detected / not detected and confirmation and identification procedures, should be validated by determining, if appropriate, the specificity, relative trueness, positive deviation, negative deviation, limit of detection, matrix effect, repeatability and reproducibility (see Appendix A for definitions).

VALİDASYON TANIMI

- **Bir cihazın, metodun veya sistemin performansının belirlenen koşullara uygun olduğunu göstermek için yapılan test ve ölçme işlemleridir.**
- **Validasyon bir cihazın, metodun veya ölçüm sisteminin belirlenen amaca uygun olduğunun test edilerek yazılı kayıtlarla onaylanmasıdır.**

METOD VALİDASYONU NEDİR

- Bir metodun veya ölçüm prosedürünün belirlenen amaçlara uygunluğunun objektif olarak test edilerek yazılı delillerle kanıtlanmasıdır.
- Bir metodun performansını belirlemek için yapılan test ve ölçme işlemleridir.

METOT VALİDASYONU NEDEN YAPILIR

- Çeşitli alanlarda pek çok karar yapılan kimyasal ölçümlerin sonucuna dayanılarak verilir. Doğru karar verebilmek için analitik ölçüm sonucunun doğru ve güvenilir (tekrarlanabilir) olması gerekir.
- Bir metotla yapılan ölçümün sonuçları laboratuvar koşulları, cihaz, kullanılan kimyasallar,deney yapanın deneyimi gibi faktörlere bağlıdır.

BU NEDENLE METODUN ÖLÇÜM SONUCUNA ETKİ EDEN PARAMETRELERİ TEK TEK ÖLÇEREK ÖLÇÜM SONUCUNA ETKİLERİ BELİRLENMELİ ve ÖLÇÜLMELİDİR

METOT VALİDASYONU NE ZAMAN YAPILIR

- Herhangi bir metot bir laboratuvarda ilk defa uygulanacağı zaman
- Bir analiz için yeni metot geliştirildiği zaman
- Kullanılan metotta değişiklik yapıldığında
- Valide edilmiş bir metot başka bir laboratuvarda kullanılacağı zaman veya farklı bir kişi veya farklı bir cihazla kullanılacağı zaman

- İki metodu karşılaştırmak için.
- Kalite kontrol testleri sonunda metodun performansında zamanla bir değişme olduğu anlaşıldığında

METOT VALİDASYONU NASIL YAPILIR

- Validasyon için SOP hazırlanır.
- Metodun uygulama amacı, kapsamı belirlenir.
- Metodun performans parametreleri ve kriterleri belirlenir.
- Validasyon deneyleri tanımlanır.
- Kullanılacak cihazların metot için yeterli olup olmadığına bakılır.
- Kullanılacak madde kalitesi belirlenir.

PALCAN Guidance for the Validation of Test Methods

CAN-P-1629
November 2006

Test method description	Validation or verification requirements
Standard Published Method	Confirmation of published performance characteristics in accordance with the requirement of ISO/IEC 17025:2005 section 5.4.2. Validation may be required only if any changes made, in accordance with the requirements of ISO/IEC 17025:2005 section 5.4.4 for non-standard methods.
In-house developed method	full validation
Method published in the scientific literature without any performance data	full validation
Methods published in scientific literature with performance data	Confirmation of published performance characteristics, but more likely full validation required according to ISO/IEC 17025:2005 section 5.4.5.
Changes in implementation of previously validated method - i.e. changes to equipment, reagents, lab environment or staff.	Extent of validation will vary to demonstrate change does not have a significant impact on performance characteristics
Standard published method applied to different matrices, different concentration ranges, analytes or standard published method used for a similar purpose but different conditions.	Validation is required and the extent will vary. e.g. having similar properties to those of representative matrices and analytes
Archived standard published or previously validated method that is reinstated	Confirmation of previous performance characteristics
Ad hoc or special analyses	extent of validation limited by circumstance
Commercial Test Kits - collaboratively tested, third party evaluation (e.g. AOAC)	Confirmation of published performance characteristics but validation may be required if any changes are made
Commercial Test Kits - no performance data available, incomplete or not applicable	validation

VALİDASYON PARAMETRELERİ

- Kesinlik (Precision)
  - **Tekrarlanabilirlik (Repeatibilty)**
  - **Tekrar Üretilebilirlik/Uyarlık (Reproducibilty)**
- Doğruluk (Accuracy)
- Lineerlik (Linearity)
- Spesifik Olma/Seçicilik (Specificty/Selectivity)
- Hassasiyet (Sensitivity)
- Tayin Limiti (Limit of Detection, LOD)
- Ölçüm Limiti (Limit of Qantitation, LOQ)
- Metodun Sağlamlığı (Robustness,ruggedness)

Validation Criteria: need a guide?

ICH Q2A	ICH Q2B	FDA May 2001	ISO	SFSTP May 2003
Specificity	Specificity	Specificity	Spec./Select	Specificity/Selectivity
Linearity	Linearity	Response Function	Response Function	Linearity Response Function
Accuracy/Trueness	Accuracy	Accuracy/Trueness	Accuracy Trueness	Accuracy Trueness
Precision Repeatability Intermediate Precicion Reproductibility	Precision Repeatability Intermediate Precicion Reproductibility	Precision Intra-run Inter-Batch Cross-Validation	Uncertainty Reproducibility	Precision Repeatability Intermediate Precicion Reproductibility
LLOQ	LLOQ	LLOQ & ULOQ	LLOQ&ULOQ	LLOQ & ULOQ
LOD	LOD	LOD	LOD	LOD

VALİDASYON (2002/657/EC)		
MODELDEN BAĞIMSIZ PERFORMANS PARAMETRELER	MODELE BAĞLI PERFORMANS PARAMETRELERİ	
Genel Performans Karakteristikleri	Geleneksel Valid. Yaklaşımı	Tek Laboratuvar Valid. Yaklaşımı
1)Spesifiklik 2)Gerçeklik 3)Sağlamlık (Küçük Değişimler) 4)Stabilite	1)Geri Kazanım 2) Tekrarlanabilirlik 3) Lab. İçi Uyarlık 4) Uyarlık 5) Karar Limiti (CCα) 6)Tespit Yeteneği (CCβ) 7)Kalibrasyon Eğrileri 8) Sağlamlık (Büyük Değişimler)	1)Geri Kazanım 2) Tekrarlanabilirlik 3) Lab. İçi Uyarlık 4) Uyarlık 5) Karar Limiti (CCα) 6)TespitYeteneği (CCβ) 7)Kalibrasyon Eğrisi 8) Sağlamlık

Table A4.1: Performance parameters required for the validation of different types of analysis

Parameter	Type of analysis			
		Quantitative		
	Qualitative	Major component[1]	Trace analysis[2]	Physical property
Selectivity/specificity	✓	✓	✓	✓
Precision		✓	✓	✓
Bias		✓	✓	✓
Limit of detection	✓		✓	
Limit of quantitation			✓	
Linearity/working range		✓	✓	✓
Ruggedness	✓	✓	✓	✓

[1]Major component: analyte concentration in the range 1 % to 100 %
[2]Trace analysis: analyte concentration less than 100 mg kg^{-1}

Majör Bileşen %1-%100
İz Element <100ppm

DOĞRULUK (ACCURACY)

DENEY SONUCU ve KABUL EDİLEN REFERANS DEĞER ARASINDAKİ YAKINLIK DERECESİDİR.

RASTGELE BİLEŞENLERLE SİSTEMATİK HATA VEYA BİASLARIN BİRLEŞİMİ OLARAK ALGILANMALIDIR.

ÖLÇÜM METOTLARININ ve SONUÇLARININ DOĞRULUĞU (ACCURACY)

DOĞRULUK TANIMI

GERÇEKLİK (TRUENESS)

ve KESİNLİK (PRECİSİON) TERİMLERİNİ KAPSAR

GERÇEKLİK(TRUENESS)

DENEY SONUÇLARININ BÜYÜK BİR SERİSİNDEN ELDE EDİLEN ORTALAMA DEĞER İLE KABUL EDİLEN BİR REFERANS DEĞER ARASINDAKİ YAKINLIK DERECESİDİR (ISO 3534-1)

GERÇEKLİK ÖLÇÜMÜ
"TOPLAM SİSTEMATİK HATA (BİAS) "
CİNSİNDEN İFADE EDİLİR.

KESİNLİK
(TEKRARLANABİLİRLİK- REPEATABİLTY) (UYARLIK-REPRODUCİBİLTY)

- Bağımsız deney sonuçları arasındaki yakınlık derecesi olup tekrarlanabilirlik veya uyarlık ile ifade edilebilir.

Kesinlik yalnızca rasgele hataların dağılımına bağlıdır ve gerçek değerle alakası yoktur. Kesinliğin ölçüsü genel olarak belirsizlik (imprecision) olarak ifade edilir ve deney sonuçlarının standart sapması olarak hesaplanır.

TEKRARLANABİLİRLİK (REPEATABİLİTY)

- **AYNI** ölçüm koşullarında gerçekleştirilen, ölçülen aynı büyüklüğe ait birbirini izleyen ölçüm sonuçları arasındaki yakınlık derecesi.
  -Aynı metot /prosedür
  -Aynı kişi
  -Aynı cihaz ve koşul altında
  -Aynı laboratuarda ve konumda
  -Kısa zaman aralığında yapılan ölçüm

UYARLIK (TEKRAR GERÇEKLEŞTİRİLEBİLİRLİK) REPRODUCİBİLİTY)

FARKLI ölçüm koşulları altında gerçekleştirilen, ölçülen aynı büyüklüğe ait birbirini izleyen ölçüm sonuçları arasındaki yakınlık derecesi.

DEĞİŞEN KOŞULLAR

-Aynı veya Farklı metot
-Farklı kişi
-Farklı cihaz farklı koşul
-Aynı laboratuarda
-Farklı zaman

TS 5822-3 ISO5725-3

Bir ölçme metodunun kesinliğini en fazla etkileyen dört faktör

a) Zaman (Z)
b) Kalibrasyon (K)
c) Deneyi yapan Kişi (O)
d) Donanım (D)

ORTA KESİNLİK

(INTERMEDİATE PRECİSİON)
(WITHIN-LABORATORY REPRODUCİBİLİTY)

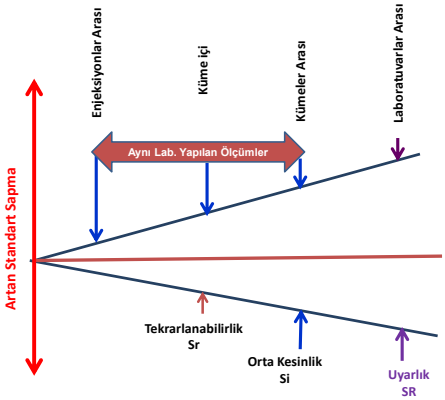
Zaman (Z),Kalibrasyon (K),Deneyi yapan Kişi (O) ve Donanım (D) faktörlerinden biri, ikisi, üçü veya dördü farklı alınarak bulunan kesinlik.

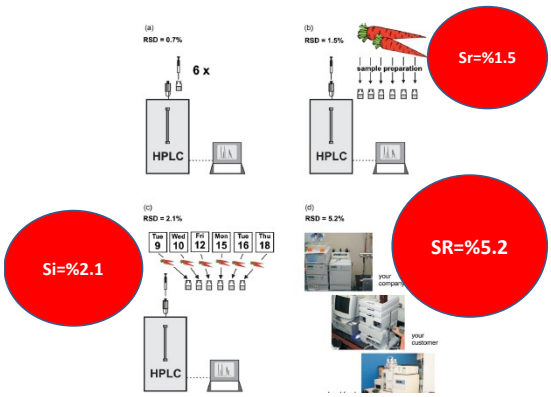
$S_{1(zo)}$ Farklı zaman ve operatör.

$S_{1(ZOD)}$ Farklı zaman , operatör ve cihaz gibi.

TS 5822-3 ISO5725-3

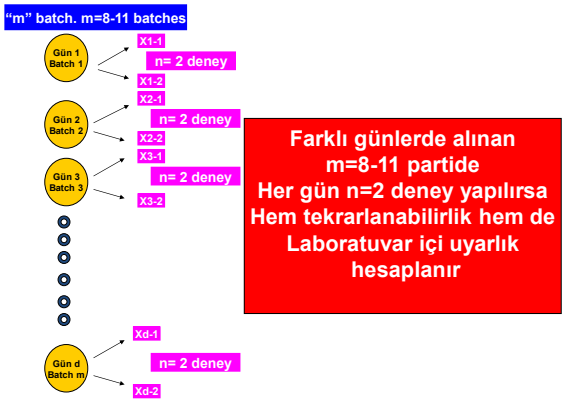






ISO 13530

KESİNLİK TAHMİNİNDE AYNI PARTİ (BATCH) ÜZERİNDEN ANALİZ YAPMAK RUTİN ANALİZLER BOYUNCA ÜRETİLEN SONUÇLARIN KESİNLİĞİNİN TAHMİNİ İÇİN YANILTICI OLABİLİR. BU NEDENLE KESİNLİK TAHMİNİ UYGUN PERİYOTLARDA ALINMIŞ FARKLI PARTİLER ÜZERİNDE (LABORATUVAR İÇİ UYARLILIK) YAPILAN DENEYLERDEN TAHMİN EDİLMELİDİR.



ÖLÇÜM METOTLARININ ve SONUÇLARININ DOĞRULUĞU İLE İLGİLİ TS ve ISO STANDARTLARI

TS 5822-1 ISO 5725-1

ÖLÇME METOTLARININ VE SONUÇLARININ DOĞRULUĞU (GERÇEKLİK VE KESİNLİK) BÖLÜM 1: GENEL PRENSİPLER VE TARİFLER

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Part 1: General principles and definitions

TS 5822-2 ISO 5725-2

ÖLÇME METOTLARININ VE SONUÇLARININ DOĞRULUĞU (GERÇEKLİK VE KESİNLİK) BÖLÜM 2: STANDARD BİR ÖLÇME METODUNUN TEKRARLANABİLİRLİĞİNİN VE UYARLIĞIN TAYİNİ İÇİN TEMEL METOT

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results- Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

TS 5822-3 ISO 5725-3

ÖLÇME METOTLARININ VE SONUÇLARININ DOĞRULUĞU (GERÇEKLİK VE KESİNLİK) - BÖLÜM 3: STANDARD BİR ÖLÇME METODUNUN KESİNLİĞİNİN ARA ÖLÇMELERİ

Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method

TS 5822-4 ISO 5725-4

ÖLÇME METOTLARININ VE SONUÇLARININ DOĞRULUĞU (GERÇEKLİK VE KESİNLİK)-BÖLÜM 4: STANDARD BİR ÖLÇME METODUNUN GERÇEKLİĞİNİ BELİRLEMEK İÇİN TEMEL METOTLAR

Accuracy (trueness and precısıon) of measurement methods and results-Part 4:Basıc methods for the determınatıon of the trueness of a standard measurement method

TS 5822-5 ISO 5725-5

ÖLÇME METOTLARININ VE SONUÇLARININ DOĞRULUĞU (GERÇEKLİK VE KESİNLİK)-BÖLÜM 5: STANDARD BİR ÖLÇME METODUNUN KESİNLİĞİNİ BELİRLEMEK İÇİN ALTERNATİF METOTLAR

Accuracy (trueness and precısıon) of measurement methods and results-Part 5:Basıc methods for the determınatıon of the precısıon of a standard measurement method

TS 5822-6 ISO 5725-6

ÖLÇME METOTLARININ VE SONUÇLARININ DOĞRULUĞU (GERÇEKLİK VE KESİNLİK)-BÖLÜM 6: DOĞRULUK DEĞERLERİNİN PRATİKTE KULLANILMASI

Accuracy (trueness and precısıon) of measurement methods and results-Part 6:Use ın practıce of accuracy values

TESPİT (TANIMLAMA) LİMİTİ
LoD
(LIMIT Of DETECTION)
(Minimum Detectable Net Concentration)
(Limit Of Determination)
(Limit Of Decision)

Mantıklı bir istatistiksel belirlilikle ölçülebilen en küçük miktar

[AOAC-PVMC]

Numunede yakalanabilen ancak tanımlanmış test koşulları altında sayısal olarak ifade edilemeyen en düşük konsantrasyon

[NATA]

TESPİT (TANIMLAMA) LİMİTİ

- ÖRNEKTE ÖLÇÜLEBİLEN FAKAT KESİN OLARAK MİKTARI BELİRLENEMEYEN EN DÜŞÜK MİKTARDIR.
- ÖRNEĞİN SİNYAL OLARAK OKUNABİLDİĞİ EN DÜŞÜK DERİŞİMDİR

TAYİN (ÖLÇÜM) LİMİTİ- LoQ

(LİMİT OF QUANTATION)
(QANTIFICATION LIMIT)
(LIMIT OF REPORTING)

KABUL EDİLEBİLİR KESİNLİKTE (TEKRARLANABİLİRLİK) ve DOĞRULUKTA BELİRLENEBİLEN EN DÜŞÜK DERİŞİMDİR

VALİDASYON (2002/657/EC)

Karar Limiti

(Decision Limit)

&

Tespit yeteneği

(Detection Capability)

$CC\alpha$

&

$CC\beta$

EPA 40 CFR PART 136 APPENDİX B
METHOD DETECTİON LİMİT

MDL

MADDE MİKTARI SIFIRDAN BÜYÜKTÜR DİYEBİLECEĞİMİZ ve %99 GÜVEN İLE ÖLÇÜLEN VE RAPOR EDİLEN EN KÜÇÜK KONSANTRASYON MİKTARI

TÜRK STANDARDI
TURKISH STANDARD

TS EN ISO 712
Mart 2010

ICS 67.060

TAHIL VE TAHIL ÜRÜNLERİ-RUTUBET MUHTEVASI TAYİNİ (REFERANS METOT)

Cereals and cereal products - Determination of moisture

1 Scope

This International Standard specifies a routine reference method for the determination of the moisture content of cereals and cereal products.

This International Standard applies to: wheat, rice (paddy, husked and milled), barley, millet (*Panicum milaceum*), rye, oats, triticale, sorghum in the form of grains, milled grains, semolina or flour.

The method is not applicable to maize and pulses.

Table A.1 — Statistical results of the interlaboratory test

Parameters	Products							
	irmik	Buğday	arpa	pirinç	Durum wheat 1	Durum wheat 2	Common wheat 2	Overall mean
No. of participating laboratories after eliminating outliers	17	18	18	17	18	14	14	
Mean value, $\overline{w}_{m,D}$, g/100 g	10,50	11,91	12,67	14,17	14,59	16,92	17,87	
Repeatability standard deviation, s_r	0,03	0,05	0,04	0,04	0,03	0,06	0,05	0,04
Coefficient of variation of repeatability, $C_{V,r}$ ($= s_r / \overline{w}_{m,D}$), %	0,29	0,42	0,32	0,28	0,21	0,35	0,28	
Repeatability limit, r ($2{,}77\ s_r$)	0,08	0,14	0,11	0,11	0,08	0,17	0,14	
Reproducibility standard deviation, s_R	0,13	0,13	0,17	0,16	0,21	0,19	0,14	0,16
Coefficient of variation of reproducibility, $C_{V,R}$ ($= s_R / \overline{w}_{m,D}$) %	1,24	1,09	1,34	1,13	1,44	1,12	0,78	
Reproducibility limit, R ($2{,}77\ s_R$)	0,36	0,36	0,47	0,44	0,58	0,53	0,39	

Designation: D 4239 – 08

Standard Test Methods for Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke Using High-Temperature Tube Furnace Combustion Methods[1]

14. Precision and Bias

TABLE 2 Repeatability and Reproducibility for Infared Absorption Detection

Range	Repeatability Limit (r)	Reproducibility Limit (R)
0.28–5.61 %	$0.02 + 0.03\ \overline{X}^{A}$	$0.02 + 0.09\ \overline{X}^{A}$

[A] where $\overline{X}$ is the average of two single test results.

14.3 *Bias*— Bias eliminated when the instrument is properly calibrated against certified reference standards. Proper calibration includes comparison of instrumental results to certified sulfur values. Results for certified standards above and below anticipated analysis sample results should be within certified precision levels for all standards over the calibration range for the instrument.

Plastics — Determination of tensile properties —

Part 1:
General principles

Plastiques — Détermination des propriétés en traction —
Partie 1: Principes généraux

10.5 Statistical parameters

Calculate the arithmetic means of the test results and, if required, the standard deviations and the 95 % confidence intervals of the mean values in accordance with the procedure given in ISO 2602.

INTERNATIONAL STANDARD **ISO 527-2**

Plastics — Determination of tensile properties —

Part 2:
Test conditions for moulding and extrusion plastics

1.2 The methods are selectively suitable for use with the following range of materials:

— rigid and semi-rigid thermoplastics moulding, extrusion and cast materials, including compounds filled and reinforced by, for example, short fibres, small rods, plates or granules but excluding textile fibres (see ISO 527-4 and ISO 527-5). See ISO 527-1:2012, Clause 3 for the definition of "rigid" and "semi-rigid".

— rigid and semi-rigid thermosetting moulding and cast materials, including filled and reinforced compounds but excluding textile fibres as reinforcement (see ISO 527-4 and ISO 527-5);

— thermotropic liquid crystal polymers.

The methods are not normally suitable for use with rigid cellular materials or sandwich structures containing cellular material. For rigid cellular materials see ISO 1926.

The methods are not suitable for flexible films and sheets, of thickness smaller than 1 mm, see ISO 527-3.

Precision statement

B.1.1 Tables B.1 to B.4 are based on a round-robin test involving three to seven laboratories and four to seven materials. The results given in the tables constitute a subgroup of a round-robin test performed by a group of seven German, Austrian and Swiss laboratories, using a total of 25 materials. Test specimens were always prepared and distributed by one source. Each laboratory obtained and reported five (5) individual test results for each material. The results reported have been evaluated according to ISO 5725-2.

CAUTION — Due to the limited number of laboratories and materials, the following explanations of r and $\bar{R}$ (see B.1.2.1 to B.1.2.3) are only intended to present a meaningful way of considering the *approximate* precision of this test method. The data in Tables B.1 and B.4 should not be rigorously applied to acceptance or rejection of material, as those data are specific to the round-robin and may not be representative of other lots, conditions, materials, or laboratories.

Table B.2 — Precision, stress at yield (MPa)

		L_0 = 50 mm				
Material	n_{Lab}	Average	s_r	s_R	r	R
RAHECO	7	13,7	0,14	0,61	0,4	1,7
PEBA	7	22,2	0,36	1,21	1	3,4
ABS	6	36,4	0,18	1,93	0,5	5,4
PC	6	63,6	0,18	0,89	0,5	2,5
PA 63T	7	84	0,32	5,11	0,9	14,3

TS EN 1936

Ocak 2010

DOĞAL TAŞLAR - DENEY YÖNTEMLERİ - GERÇEK YOĞUNLUK, GÖRÜNÜR YOĞUNLUK, TOPLAM VE AÇIK GÖZENEKLİLİK TAYİNİ

9 Sonuçların gösterilmesi

9.1 Genel

Açık gözeneklerin hacmi (mL) aşağıdaki eşitlikle ifade edilir:

$$V_o = \frac{m_s - m_d}{\rho_w} \times 1000 \qquad (1)$$

Görünür hacim (mL) aşağıdaki eşitlikle ifade edilir:

$$V_b = \frac{m_s - m_h}{\rho_w} \times 1000 \qquad (2)$$

Görünür hacim, numunenin boyutları dikkate alınarak da hesaplanabilir.

Not - 20 °C'ta suyun yoğunluğu (ρ_w) 998 kg/m^3'tür.

9.2 Görünür yoğunluk

Görünür yoğunluk (kg/m^3), kuru numune kütlesinin görünür hacmine oranı şeklinde aşağıdaki eşitlikle ifade edilir:

$$\rho_b = \frac{m_d}{m_s - m_h} \times \rho_w \qquad (3)$$

KESİNLİK VERİLERİ MEVCUT DEĞİL

KİMYASAL PARAMETRELER

Parameter	Parametric value	Unit	Trueness	Precision	Limit of Detection
Antimony	5,0	µg/l	1.25 (µg/l)	1.25 (µg/l)	1.25 (ppb)
Arsenic	10	µg/l	1 (µg/l)	1 (µg/l)	1 (ppb)
Boron	1,0	mg/l	0.1 (mg/l)	0.1 (mg/l)	0.1 (ppm)
Bromate	10	µg/l	2.5 (µg/l)	2.5(µg/l)	2.5 (ppb)
Cadmium	5,0	µg/l	0.5 (µg/l)	0.5 (µg/l)	0.5 (ppb)
Chromium	50	µg/l	5 (µg/l)	5 (µg/l)	5 (ppb)
Copper	2,0	mg/l	0.2 (mg/l)	0.2 (mg/l)	0.2 (ppm)
Fluoride	1,5	mg/l	0.15 (mg/l)	0.15 (mg/l)	0.15 (ppm)
Lead	10	µg/l	1 (µg/l)	1 (µg/l)	1 (ppb)
Mercury	1,0	µg/l	0.2 (ng/l)	0.1 (ng/l)	0.2 (ppb)
Nickel	20	µg/l	0.2 (µg/l)	0.2 (µg/l)	0.2 (ppb)
Nitrate	50	mg/l	5 (mg/l)	5 (mg/l)	5 (ppm)
Nitrite	0,50	mg/l	0.05 (mg/l)	0.05 (mg/l)	0.05 (ppm)
Pesticides	0,10	µg/l	0.025 (µg/l)	0.025 (µg/l)	0.025 (ppb)
Pesticides — Total	0,50	µg/l	0.125 (µg/l)	0.125 (µg/l)	0.125 (ppb)
Selenium	10	µg/l	1 (µg/l)	1 (µg/l)	1 (ppb)

İNDİKATÖR PARAMETRELERİ

Parameter	Parametric value	Unit	Trueness	Precision	Limit of Detection
Aluminium	200	µg/l	20 (µg/l)	20 (µg/l)	20 (ppb)
Ammonium	0,50	mg/l	0.05 (mg/l)	0.05	0.05 (ppm)
Chloride	250	mg/l	25 (mg/l)	25 (mg/l)	25 (ppm)
Iron	200	µg/l	20 (µg/l)	20 (µg/l)	20 (ppb)
Manganese	50	µg/l	5 (µg/l)	5 (µg/l)	5 (ppb)
Sulphate	250	mg/l	25 (mg/l)	25 (mg/l)	25 (ppm)
Sodium	200	mg/l	20 (mg/l)	20 (mg/l)	20 (ppm)

1) *TESPİT SINIRI* (*LİMİT of DETECTION*)
KÖR NUMUNE SONUÇLARINDAN (*ISO* 13530)

$X_{LD} = LOD = 3.S_0 + X_{BL}$

$X_{LD} = Tespit\ Sınırı$

$S_0 = Dışta\ Kalanlar\ Hariç\ Tutulduğunda$
$Blank\ Matriks\ S\tan dartSapması$

$X_{BL} = Blank\ MatriksdenEldeEdilenOrtalama$

$Sonuç\tan\ Eğer\ Blank\ Matriks\ Değeri\ Çıkarılıyorsa$

X_{BL} İhmal Edilir

$X_{LD} = LOD = 3.S_0$

$S_0 \rightarrow$ "0" *veya Negatif olmayan En Az* 10 sonuç

Analit Konsantrasyonu *Blank Matriks veya* Düşük Konsantarsyon

$3 \rightarrow n \geq 10$ *Deney İçin* α=0,01 Anlam Seviyesinde

2) *TESPİT SINIRI* (*LİMİT of DETECTION*)
METODUN STANDART SAPMASINDAN(*ISO* 13530)

Analitik Metodlar Lineer
Kalibrasyon Fonksiyonuna Sahibse
$X_{LD} = 4.S_{x_o}$ *dan* Hesaplanabilir
$X_{LD} = LOD = TespitSınırı$
S_{x_o} = *Kalibrasyondan* Elde Edilen Metodun
Standart Sapması

3) *TESPİT SINIRI* (*LİMİT of DETECTION*)
BASELINE NOISE YOLU İLE (*ISO* 13530)

*Base*line Noise Gösteren Metodlarda
Tespit Sınırı Blank Düzeltmesinden Sonra
(mümkünse) Sinyal/Gürültü Oranı S/N=3
Olan Analit Konsantrasyonu Olarak Alınabilir

98-83 Nolu Direktif (İnsani Tüketim Amaçlı Sular)

$$X_{LD} = LOD = 3.S_{within-batch_{low-level}}$$

*D*üşük Konsantrasyon İçeren
Doğal Numuneden Elde Edilen
S tan *dart* Sapmadan Hesaplanmalı
ya da

$$X_{LD} = LOD = 5.S_{within-batch_{blank}}$$

Blank Numuneden Elde Edilen
S tan *dart* Sapmadan Hesaplanmalı

TAYİN SINIRI (ISO 13530)

Bu değer kabul edilebilir bir doğrulukla belirlenmelidir

$$X_{LQ} = LOQ = 3.X_{LD}$$

$$k = 3 \rightarrow \%33 Bağıl Ölçüm Belirsizliğine Karşı Gelir$$

TAYİN SINIRI ve TESPİT SINIRININ DOĞRULANMASI (VERİFİKASYONU) (ISO 13530)

EĞER ANALİZ YAPILAN NUMUNENİN KONSANTRASYONU SIKLIKLA TAYİN SINIRINA (LOQ) YAKINLAŞIYORSA TAYİN SINIRININ DOĞRULANMASI HAYATİ BİR ÖNEME SAHİPTİR. BU DURUMDA DOĞRULAMA İŞLEMİ SIKLIKLA YAPILMALIDIR. TAYİN SINIRININ ve TESPİT SINIRININ DOĞRULAMA ÇALIŞMALARI LABORATUVAR İÇİ UYARLILIK KOŞULLARI ALTINDA , GERÇEK NUMUNELERE UYGULANAN İŞLEMLER UYGULANARAK ANALİZ EDİLMELİ VE ÇALIŞMADA BU SEVİYELERDE MADDE İLAVESİ (SPİKE) YAPILMIŞ BLANK MATRİKS NUMUNELERİ veya BLANK MATRİKS NUMUNELERİ KULLANILIR.

TESPİT SINIRININ (LOD) DOĞRULANMASI (ISO 13530)

EĞER SPİKE YAPILMIŞ NUMUNELERDEN ELDE EDİLEN CEVAPLARIN ORTALAMA DEĞERİ BLANK NUMUNELERDEN ELDE EDİLEN CEVAPLARIN MAKSİMUM OLANININ DEĞERİNDEN BÜYÜKSE TESPİT SINIRI (LOD) DOĞRULANMIŞ OLUR.

TESPİT SINIRI DOĞRULANMASI (ISO 13530)

KONSANTRASYON	TEKRARLAR			MAKSİMUM	ORTALAMA
	yi1	yi2	yi3	ymax.	yort
BLANK	0,001	18,196	13,387	18,196	-
TESPİT SINIRI X_{DL}=3ng/l (spike yapılmış)	15,573	19,684	25,432	-	20,230

TESPİT SINIRINDA SPİKE YAPILARAK BULUNAN SİNYAL DEĞERİ ORTALAMASI (20,230), MAKSİMUM BLANK SİNYALİNDEN (18,196) BÜYÜK. **ÖYLEYSE TEYİT EDİLDİ**

TAYİN SINIRI(XLQ=LOQ) DOĞRULANMASI

$$\frac{\Delta X}{X_{LQ}} = \frac{1}{k}$$

$k = 3$ İçin LOQ a karşılık gelen ölçüm belirsizliğiyaklaşık %33 dür
Bunun anlamı ölçüm sonuçlarının çift yanlı güven aralığının yarı genişliği olan Δx, %33 den büyük olmamalıdır.

$$\frac{\Delta X}{X_{LQ}} = \frac{1}{k} \rightarrow \Delta x = \frac{t_{(\upsilon,p)}.S}{\sqrt{n}} \quad \frac{t_{(\upsilon,p)}.S}{X_{LQ}\sqrt{n}} = \frac{1}{k}$$

ΔX = *Spike* yapılmış numunenin ölçüm sonuçlarının çift yanlı güven aralığının yarısı
$X_{LQ} = Tah\min edilen\ tayinsınırı$ (*spikekonsantarsyonu*)
k=Tayin sınırı hesabında kullanılan çarpan. Genelikle k=3 alınır
$t_{(\upsilon,p)}$ = υ=(n-1) serbestlik derecesi, p=0,95 için çift yanlı tablo değeri
S=Spike yapılmış deney sonuçlarının standart sapması
k= 3 için

$$yukardaki\ denklemden\ S_{Teorik} = \frac{X_{LQ}\sqrt{n}}{3.t_{(\upsilon,p)}}\ halini\ alır$$

Spike yapılmış deney sonuçlarının standart sapması bu "S" değerine eşit veya küçük olmalıdır

$$S_{Teorik} = \frac{X_{LQ}\sqrt{n}}{3.t_{(\upsilon,p)}}$$

$n = 3$ (*spike* numunesi 3 kez analiz edilmiş ise)

$t_{2;0,95} = 4,303$ (*Çift Yanlı*)

$$S_{Teorik} = \frac{X_{LQ}\sqrt{3}}{3x4,303} = 0,134.X_{LQ}$$

$n = 4$ (*spike* numunesi 4 kez analiz edilmiş ise)

$t_{3;0,95} = 3,182$ (*Çift Yanlı*)

$$S_{Teorik} = \frac{X_{LQ}\sqrt{3}}{3x3,182} = 0,210.X_{LQ}$$

$n = 5$ (*spike* numunesi 5 kez analiz edilmiş ise)

$t_{4;0,95} = 2,776$ (*Çift Yanlı*)

$$S_{Teorik} = \frac{X_{LQ}\sqrt{3}}{3x2,776} = 0,268.X_{LQ}$$

Eğer $S \le S_{Teorik}$ *ise* $X_{LQ} = LOQ$ DOĞRULANIR

RAPORLAMA LİMİTİ (ISO 13530)

RAPORLAMA LİMİTİ TAYİN SINIRINDA VEYA YUKARSINDA MÜŞTERİYE BELİRLİ BİR GÜVENLE RAPOR EDİLEN SPESİFİK BİR KONSANTRASYONDUR. EĞER MÜŞTERİ TARAFINDAN SET EDİLEN RAPORLAMA LİMİTİ TAYİN SINIRININ ALTINDA İSE KULLANILAN METOD MODİFİYE EDİLMELİDİR.

MİKROBİYOLOJİ TANIMLAR

Göreceli doğruluk	Değerlendirilmekte olan metotla elde edilen sonuçların kabul gören referans metodu kullanarak elde edilen sonuca uyum derecesi.
Tayinin sınırı	Mikrobiyolojik deneylere uygulanan-değerlendirilmekte olan metodun deneysel şartları altında tanımlanmış bir değişkenlik içinde saptanabilecek en düşük mikroorganizma sayısı.
Saptama sınırı	Mikrobiyolojik deneylere uygulanan – saptanabilecek, fakat sayısı doğru olarak tahmin edilemeyen en küçük mikroorganizma sayısı.
Tekrarlanabilirlik	Aynı ölçme şartları altında, aynı büyüklüğün birbiri ardına yapılan ölçmeleri ile elde edilen sonuçlar arasındaki uyumun yakınlığı. [VIM:1993 ISO Metrolojide temel ve genel terimler uluslar arası sözlüğü]
Uyarlık	Değişik ölçme şartları altında aynı büyüklüğün ölçme sonuçları arasındaki uyumun yakınlığı. [VIM: 1993 ISO Metrolojide temel ve genel terimler uluslar arası sözlüğü]
Duyarlık	Varsayıma dayanan muayenede doğru olarak ataması yapılan pozitif kültürlerin veya kolonilerin sayısının toplam sayıya oranı. [ISO 13843:2000]
Özgüllük	Varsayıma dayanan muayenede doğru olarak ataması yapılan negatif kültürlerin ve kolonilerin sayısının toplam sayıya oranı. [ISO 13843:2000]
Geçerli hale getirilme	a. Belirli bir kullanım yeri veya uygulama için şartların karşılanmış olduğunun objektif kanıtla teyit edilmesi. [ISO 9000: 2000] b. Belirlenen şartların karşılanmış olduğunun objektif kanıtlar sağlanması yoluyla teyit edilmesi. [ISO 9000: 2000]

63

SEÇİCİLİK/SPESİFİK OLMA(ÖZGÜNLÜK)

(SELECTIVITY/SPECIFICITY)

YÖNTEMİN ARANAN ANALİTİ ÖRNEK MATRİKSİNDE BULUNAN DİĞER MADDELERDEN DOĞRU ve SPESİFİK BİR BİÇİMDE AYIRABİLME ve BELİRLİYEBİLME YETENEĞİDİR.

HASSASİYET

(SENSIVITY)

ANALİZ EDİLEN MADDENİN BİRİM ARTIŞININ SİNYAL BÜYÜKLÜĞÜNE ETKİSİNİ GÖSTEREN BİR KRİTERDİR.

ÖLÇÜM CİHAZININ BİRM DEĞİŞİM İÇİN VERDİĞİ SİNYAL BÜYÜKLÜĞÜ .

Hassasiyet =A/C

“A” , Ölçüm Sinyali (Örneğin: 0.250Abs)

“C”, Derişim (Örneğin: 5 ppm)

Hassasiyet =0.050 Abs/ppm

DOĞRUSALLIK(LİNEERLİK)

(LINEARITY)

METODUN ANALİZ EDİLEN MADDENİN KONSANTRASYONU İLE ORANTILI SONUÇLAR ELDE ETME ÖZELLİĞİDİR.

SAĞLAMLIK

(RUGGEDNES/ROBUSTNESS)

DENEY (ÖLÇÜM) KOŞULLARINDAKİ KÜÇÜK DEĞİŞİMLERİN ÖLÇÜM SONUCUNA OLAN ETKİSİ

SPESİFİKLİK/SEÇİCİLİK (SPECIFICITY/SELECTİVİTY)

- Metodun aranılan maddeyi diğer maddelerden ayırma yeteneği olarak tanımlana seçicilik İlk belirlenen validasyon parametresidir.
- Cihazın verdiği sinyal deneyi yapılan madde içersinde analizi yapılan analite ait olmalıdır.
- IUPAC spesifikliği en yüksek seçicilik olarak tanımlayarak spesifiklik (specificity) kavramının kullanılmasını önermez.

SEÇİCİLİĞİN GÜÇ ELDE EDİLDİĞİ DURUMLAR

- Analizi yapılan analitin içinde bilinmeyen madde kompozisyonu ne kadar çoksa.
- Matriks kompozisyonu ne kadar kompleksse.
- Matriks bileşenlerinin kompozisyonları ne kadar birbirine yakınsa.
- Tayini yapılacak madde konsantrasyonu ne kadar küçük ise.

SEÇİCİLİĞİN ARTTIRILDIĞI DURUMLAR

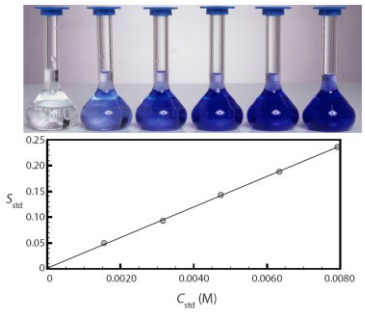
- Seçici analitik metod seçimi
- Engelleyici (girişim yapan)maddelerin etkisini ortadan kaldırmak veya gizlemek.
- Analizi yapılan maddeyi matriksden izole etmek.

- Aday veya diğer metotları kullanarak referans malzemeleri ve diğer numuneleri analiz et.
  Metodun analiti tanımlama ve diğer girişim yapan maddelerden izole ederek ölçebildiğini doğrula.
- Aradığımız maddenin yanı sıra çeşitli şüpheli girişim yapan maddeler içeren numuneleri analiz et.
  Girişim yapan maddelerin etkisini incele.Girişim yapan maddelerin mevcudiyeti yakalama (dedeksiyon) kabiliyetinde aranılan maddeyi eksik veya fazla gösterme yönünde etkisi var mı?.
  Eğer var ise uygulanan metod için daha ileri metod geliştirme çalışmaları yapılmalıdır.

LİNEERLİK

KALİBRASYON

- Metod validasyonu çalışmaları ile kalibrasyon fonksiyonunun ilk değerlendirmesinde kör analiz dahil en az 7 konsantarasyon seviyesi kullanılmalıdır.
- Kalibrasyon aralığı öyle ayarlanmalıdır ki test numunesinin konsantrasyonu bu aralığın orta kısımlarına düşmelidi.



KALİBRASYON

- Metod validasyon evresinde her konsantrasyon seviyesinde en az iki tekrar ölçümü yapılmalıdır. Tekrar deneyleri birbirinden bağımsız olmalıdır. Aynı kalibrasyon çözeltisi ile tekrar ölçümleri yapmak kalibrasyonla ilgili değişimler hakkında sınırlı bilgi verir. Böyle yapıldığında kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması evresindeki değişimler içerilmediği için ölçülen yalnızca cihazın kesinliği olur

- Kalibrasyon standardının konsantrasyonlarına ve sayılarına karar verildikten sonra bu çözeltilerin en iyi nasıl hazırlanacağına karar verilmelidir
- Herhangi bir metodun kalibrasyon evresi ile ilgili ölçüm belirsizliği kalibrasyon işleminde kullanılan standartların ölçüm belirsizlikleri ile sınırlıdır.
- Kalibrasyon çözeltileri bilinen saflıkdaki saf malzemelerden veya bilinen konsantrasyona sahip çözeltilerden hazırlanmalıdır.

Matriks etkisi??

Standartları saf çözücü (saf su) içinde hazırlamak yeterlimidir? Yoksa matriks test numunesinin sahip olduğu matriks ile aynı mı olmalıdır?

Bu numune analizinde kullandığın cihaza ve standartlara bağlıdır.

İdeal olarak kalibrasyon standartları bağımsız olmalıdır. Kalibrasyon standartları alışıldık stok çözeltilerden hazırlanmamalıdır. Stok çözeltinin hazırlanmasındaki herhangi bir hata diğer standartlara da bulaşır ki bu da kalibrasyon işleminde biasa yol açar. Bu prosedür çözeltilerin bağımsız olması ilkesi nedeni ile önerilmez.

İlk validasyon çalışmaları dışında 7 adet kalibrasyon çözeltisi hazırlamak zaman alıcı ve pahalı bir uygulama olabilir. Eğer kalibrasyon fonksiyonunun lineer olduğu saptanmış ise her bir seviyede tek bir deney yaparak ve birkaç kalibrasyon çözeltisi kulllanılarak işlem basitleştirilebilir.

Eğer kalibrasyon fonksiyonun lineerliğinden şüphe yoksa ve sistem biassız ise (yani kesim noktası sıfırdan önemli derecede farklı değilse) tek nokta kalibrasyonu kalibrasyon sisteminin kontrolunda hızlı bir metod olabilir.

Bu durumda kullanılan çözeltinin konsantrasyonu test numunelerinde rastlanılan en büyük değere eşit veya büyük olmalıdır. Eğer kalibrasyon fonksiyonun lineerliğinden şüphe yoksa fakat bilinen miktarda bir bias (kesim noktasının sıfırdan farklı belirli bir değerde olması) varsa 2 nokta kalibrasyonu kullanılabilir.

VARYANS HOMOJENLİK DENEYİ

VARYANS HOMOJENLİK DENEYİ

i	Xi (mg/L)	Yi1	Yi2	Yi3	Yi4	Yi5	Yi6	Yi7	Yi8	Yi9	Yi10	Si (mg/L)	Si^2 (mg/L)
1	0.05	0.140	0.143	0.143	0.146	0.144	0.145	0.144	0.146	0.145	0.148	0.00217	$4.67.10^{-6}$
10	0.50	1.303	1.302	1.300	1.304	1.300	1.296	1.295	1.301	1.296	1.306	0.00368	$13.56.10^{-6}$

"F" Testi

$$\frac{\text{BÜYÜK VARYANS}}{\text{KÜÇÜK VARYANS}} = PG = \frac{S_{10}^2}{S_1^2} = \frac{13.56\text{x}10^{-6}}{4,67\text{x}10^{-6}} = 2,9$$

%99 Güvenİçin 9-9 SerbestlikDerecesi İçin

$$F_{tablo} = F_{(9,9;0.99)} = 5.35$$

$$PG < 5.35$$

VARYANSLAR ARASINDA ÖNEMLİ FARKYOKTUR

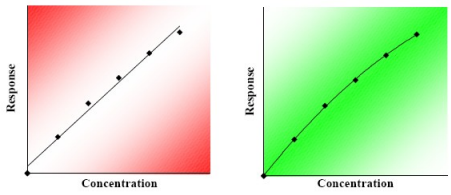
Percentile 99 of the *F* distribution

$\nu_2 \backslash \nu_1$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	4052	5000	5403	5625	5764	5859	5928	5981	6022	6056	6083	6106
2	98.50	99.00	99.17	99.25	99.30	99.33	99.36	99.37	99.39	99.40	99.41	99.42
3	34.12	30.82	29.46	28.71	28.24	27.91	27.67	27.49	27.35	27.23	27.13	27.05
4	21.20	18.00	16.69	15.98	15.52	15.21	14.98	14.80	14.66	14.55	14.45	14.37
5	16.26	13.27	12.06	11.39	10.97	10.67	10.46	10.29	10.16	10.05	9.963	9.888
6	13.75	10.92	9.780	9.148	8.746	8.466	8.260	8.102	7.976	7.874	7.790	7.718
7	12.25	9.547	8.451	7.847	7.460	7.191	6.993	6.840	6.719	6.620	6.538	6.469
8	11.26	8.649	7.591	7.006	6.632	6.371	6.178	6.029	5.911	5.814	5.734	5.667
9	10.56	8.022	6.992	6.422	6.057	5.802	5.613	5.467	5.351	5.257	5.178	5.111
10	10.04	7.559	6.552	5.994	5.636	5.386	5.200	5.057	4.942	4.849	4.772	4.706
11	9.646	7.206	6.217	5.668	5.316	5.069	4.886	4.744	4.632	4.539	4.462	4.397
12	9.330	6.927	5.953	5.412	5.064	4.821	4.640	4.499	4.388	4.296	4.220	4.155
13	9.074	6.701	5.739	5.205	4.862	4.620	4.441	4.302	4.191	4.100	4.025	3.960
14	8.862	6.515	5.564	5.035	4.695	4.456	4.278	4.140	4.030	3.939	3.864	3.800
15	8.683	6.359	5.417	4.893	4.556	4.318	4.142	4.004	3.895	3.805	3.730	3.666
16	8.531	6.226	5.292	4.773	4.437	4.202	4.026	3.890	3.780	3.691	3.616	3.553
17	8.400	6.112	5.185	4.669	4.336	4.102	3.927	3.791	3.682	3.593	3.519	3.455
18	8.285	6.013	5.092	4.579	4.248	4.015	3.841	3.705	3.597	3.508	3.434	3.371
19	8.185	5.926	5.010	4.500	4.171	3.939	3.765	3.631	3.523	3.434	3.360	3.297

LİNEERLİĞİN DENENMESİ

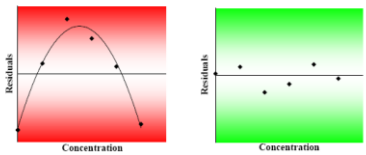
KONSANTRASYON&ARTIK STANDART SAPMA GRAFİĞİ YOLU İLE

KALİBRASYONUM LİNEERMİ?



r=0,9944 r=0,9999

Kalıntı EğrilerininDeğerlendirilmesi



Eğrisel **Rastgelesel; √**

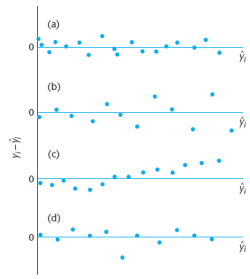
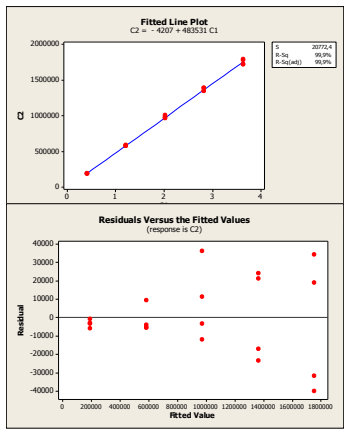


Figure 5.15 Residual plots in regression diagnostics: (a) satisfactory distribution of residuals; (b) the residuals tend to grow as y_i grows, suggesting that a weighted regression plot would be suitable; (c) the residuals show a trend, first becoming more negative, then passing through zero, and then becoming more positive as y_i increases, suggesting that a (different) curve should be plotted; and (d) a satisfactory plot, except that y_8 might be an outlier.

"R" NİN YÜKSEK OLMASI LİNEERLİK İÇİN YETERLİMİDİR?

x	y
0,404	185287
0,404	190367
0,404	187967
0,404	187797
1,212	576293
1,212	576428
1,212	577982
1,212	591145
2,02	969239
2,02	960628
2,02	1008660
2,02	983677
2,828	1346150
2,828	1339951
2,828	1387377
2,828	1384228
3,636	1714052
3,636	1722359
3,636	1788018
3,636	1772928



LİNEERLİĞİN DENENMESİ

MANDEL'S FİTTİNG TEST

LİNEERLİĞİN DENENMESİ

LACK OF FIT TEST
(Goodness of Fit)

METOD TEYİD ÇALIŞMASI ÖRNEK

TS EN ISO 11732
Mart 2006

ICS 31.260
1.Baskı

SU KALİTESİ - AKIŞ ANALİZİ (CFA VE FIA) VE SPEKTROMETRİK TESPİT İLE AMONYUM AZOTUNUN TAYİNİ

Optics and optical instruments - Lasers and laser-related equipment - Test method for absorptance of optical laser components

PART C

Indicator parameters

Parameter	Parametric value	Unit	Notes
Aluminium	200	µg/l	
Ammonium	0,50	mg/l	

Parameters	Trueness % of para-metric value (Note 1)	Precision % of para-metric value (Note 2)	Limit of detection % of para-metric value (Note 3)	Conditions
Acrylamide				To be controlled by product specification
Aluminium	10	10	10	
Ammonium	10	10	10	

İNDİKATÖR PARAMETRELERİ

Parameter	Parametric value	Unit	Trueness	Precision	Limit of Detection
Ammonium	0,50	mg/l	0.05 (mg/l)	0.05(mg/l)	0.05 (ppm)

Note 1 (*): Trueness is the systematic error and is the difference between the mean value of the large number of repeated measurements and the true value.

Note 2 (*): Precision is the random error and is usually expressed as the standard deviation (within and between batch) of the spread of results about the mean. Acceptable precision is twice the relative standard deviation.

Note 3: Limit of detection is either:
— three times the relative within batch standard deviation of a natural sample containing a low concentration of the parameter, or
— five times the relative within batch standard deviation of a blank sample.

Dedeksiyon Limit Çalışması
(LOD)

COUNCIL DIRECTIVE 98/83/EC

Note 3: Limit of detection is either:
— three times the relative within batch standard deviation of a natural sample containing a low concentration of the parameter, or
— five times the relative within batch standard deviation of a blank sample.

TEORİK LOD 0,05 ppm (mg/L) (TABLODAN)

0,020 mg/l' lik Sentetik Kontrol Çözeltisi Hazırlanarak 7 ay süresince analiz edildi

SONUÇLAR	SONUÇLAR
0,021	0,026
0,023	0,022
0,023	0,021
0,024	0,019
0,026	0,025
0,015	0,026
0,015	0,023
0,017	0,024
0,016	0,025
0,014	0,022
0,032	0,021
0,023	0,020
0,025	0,021

Sütun1

Ortalama	0,02188
Standart Hata	0,00081
Ortanca	0,0225
Kip	0,021
Standart Sapma	0,00413
Örnek Varyans	1,71E-05
Basıklık	0,422938
Çarpıklık	-0,084373
Aralık	0,018
En Büyük	0,014
En Küçük	0,032
Toplam	0,569
Say	26
Güvenirlik Düzeyi(95,0%	0,001669

LOD=5xS=5x0,0041=0,02mgL

0,02 mg/L<0,05 mg/L √

Kesinlik Çalışmaları

Laboratuvar parametrik değerden küçük (0,100mg/L) ve parametrik değerden biraz büyük (0,600) iki konsantrasyon seçerek iki kontrol numunesi hazırlamış ve bunları 7 ay süre ile analiz etmiştir. Bulunan sonuçlar şöyledir

	Birim	Kontrol 1	Kontrol 2
Ortalama	mg/L	0,114	0,605
S	mg/L	0,005	0,021
%RSD	%	%4,4	%3,5
n		27	28
ZamanPeriyodu	Ay	7	7
Anma Değeri	mg/L	0,100	0,600

Note 2 (*): Precision is the random error and is usually expressed as the standard deviation (within and between batch) of the spread of results about the mean. Acceptable precision is twice the relative standard deviation.

$\%RSD_{Teorik}=\%10/2=\%5$
$\%4,4<\%5$ √

Gerçeklik Çalışması

Laboratuvar düzenli olarak Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Testlerine katılmaktadır.

Son 3 yıl içinde yılda ikikez olmak üzere toplam 6 kez bu çalışmalra katılınmış olup laboratuvar gerçekliğini(biasını) bu çalışmaların sonuçlarından hesaplamak istemektedir.

Tarih	Nominal Değer (Xref) mg/L	Lab. Sonucu (Xi) mg/L	Bias(%) [(Xi-Xref)/Xi].100	SR %	Lab. Sayısı
2007 -1	81	83	2.4	10	31
2007 -2	73	75	2.7	7	36
2008 -1	264	269	1.9	8	32
2008 -2	210	213	1.4	10	35
2009 -1	110	112	1.8	7	36
2009 -2	140	144	2.9	11	34
Xort			+2.18	8.8	34
			Aritmetik Ortalama		

$$U(bias)=\sqrt{RMS_{bias}^2+u(ref)^2}$$

$$RMS_{bias}=\sqrt{\frac{\sum bias^2}{n}};\ u(ref)=\frac{S_{R_{ort}}}{\sqrt{n_{ort}}}=\frac{S_{R_{Harman}}}{n_{ort}}$$

$$RMS_{bias}=\sqrt{\frac{2.4^2+2.7^2+1.9^2+.....+2.9^2}{6}}=\%2.25$$

$$u(ref)=\frac{S_{R_{Ort.}}}{\sqrt{OrtalamaLab.Sayısı}}=\frac{8.8}{34}=\%1.5$$

$$U(bias)=\sqrt{2.25^2+1.5^2}=\%2,71$$

Teorik Gerçeklik %10
%2.7<%10 √



AOAC' a göre validasyon için gerekli Performans karakteristikleri (metod kategorilerine göre).

Table 1. Categories of Chemical Test Methods: Since the activities needed for method verification are a subset of those needed for validation, the required performance characteristics for validation are presented in this table

	Performance Characteristics Included in a Validation					
Performance Characteristic	Identification 1	Analyte at Low Concentration Quantitative 2	Analyte at Low Concentration Limit Test 3	Analyte at High Concentration Quantitative 4	Analyte at High Concentration Limit Test 5	Qualitative 6
Accuracy	No	Yes	No	Yes	Yes	No
Precision	No	Yes	No	Yes	Yes	No
Specificity	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes	Yes
LOD	No	Yes	Yes	Yes/No	No	No
LOQ	No	Yes	No	Yes/No	No	No
Ruggedness	No	Yes	No	Yes	No	No
Linearity/Range	No	Yes	No	Yes	No	No

ANALİTİK KİMYASAL METODLAR

6 KATEGORİ ÜZERİNDEN İNCELENİR

1) Aranılan analitin varlığının tespiti.
2) Düşük analiz konsantrasyonlarında (LOQ civarı)nicel analiz
3) Analitin tanımlanmış düşük konsantrasyonların (LOQ 'a yakın) üstünde veya altında mevcut olup olmadığının belirlenmesi. Limit test olarak da adlandırılır
4) Yüksek analiz konsantrasyonlarında (LOQ nın üstünde) nicel analiz
5) Analitin tanımlanmış yüksek konsantrasyonların (LOQnın üstünde) üstünde veya altında mevcut olup olmadığının belirlenmesi. Limit test olarak da adlandırılır
6) Nitel analiz (Kalitatif Test)

KATEGORİ 1:Aranılan analitin varlığının tespiti.

- **PERFORMANS KAREKTERİSTİĞİ**

1)Spesifiklik:

Eğer laboratuvar numuneleri standart metodun öngörüleri ile aynı ise (aynı matriks) ve cihaz farklılıkları nedeni ile spesifiklik etkilenmiyorsa teyit (verifikasyon) YAPILMAZ

Laboratuvar numuneleri standart metodun öngörüleri ile farklı ise ve cihaz farklılıkları nedeni ile spesifiklik etkilenecekse teyit (verifikasyon) işlemi YAPILIR

Kategori 2- Düşük Analiz Konsantrasyonu (LOQ civarı) Nicel Analiz

- **PERFORMANS KARAKTERİSTİKLERİ**

1)Doğruluk: Teyit Yap

Nasıl: Eğer metodun konsantrayon değişimi dar ise bir tane referans malzeme (referans standart/spike) kullanarak tek konsantrasyonda teyit yapılabilir.Eğer metodun ölçüm aralığı geniş ise doğruluğu en az bir düşük, bir orta, bir de yüksek konsantrasyonla yukardaki malzemeler yardımı ile teyit et.

Teyit Nedeni: Dar konsantrasyon aralığında doğruluk ve kesinlik değişmeyecektir. Bu nedenle bir adet referans malzeme teyit için yeterlidir.Geniş konsantrasyon aralığında doğruluk ve kesinlik değişebileceğinden farklı konsantrasyon seviyelerinde teyit yapılmalıdır.

2)Kesinlik: Teyit Yap

Nasıl:Eğer metodun konsantrayon değişimi dar ise bir kez tekrarlanabilirlik testi yapılarak teyit yapılabilir. Eğer metodun ölçüm aralığı geniş ise bir düşük, bir orta, bir de yüksek konsantrasyonla çalışılmalıdır.

Teyit Nedeni: Dar konsantrasyon aralığında doğruluk ve kesinlik değişmeyecektir. Bu nedenle bir konsantrasyon seviyesi teyit için yeterlidir.Geniş konsantrasyon aralığında doğruluk ve kesinlik değişebileceğinden farklı konsantrasyon seviyelerinde teyit yapılmalıdır. Analizciler arasında orta kesinlik çalışması yapıldığında tüm analizcilerin eğitimli ve metodu uygulayabilecek düzeyde olmaları gereklidir.

3)Spesifiklik: Teyit Yapılır veya Yapılmaz

Eğer laboratuvar numuneleri standart metodun öngörüleri ile aynı ise (aynı matriks) ve cihaz farklılıkları nedeni ile spesifiklik etkilenmiyorsa teyit (verifikasyon) YAPILMAZ

Laboratuvar numuneleri standart metodun öngörüleri ile farklı ise ve cihaz farklılıkları nedeni ile spesifiklik etkilenecekse teyit (verifikasyon) işlemi YAPILIR

4) LOD : Teyit Et

Nasıl: LOD civarında numunelere analiz yap.

Teyit Nedeni: LOD matriks ve cihaza özeldir.

5) LOQ : Teyit Et

Nasıl: LOQ civarında numunelere analiz yap.

Teyit Nedeni: LOQ matriks ve cihaza özeldir.

Kategori 3- Düşük Analiz Konsantrasyonu üzerinde veya altında analit varlığı tespiti
(Limit test)

PERFORMANS KARAKTERİSTİKLERİ

1) LOD : Teyit Et

Nasıl: LOD civarında numunelere analiz yap.

Teyit Nedeni: LOD matriks ve cihaza özeldir.

2) LOQ : Teyit Et

Nasıl: LOQ civarında numunelere analiz yap.

Teyit Nedeni: LOQ matriks ve cihaza özeldir.

3) Spesifiklik: Teyit Yapılır veya Yapılmaz

Eğer laboratuvar numuneleri standart metodun öngörüleri ile aynı ise (aynı matriks) ve cihaz farklılıkları nedeni ile spesifiklik etkilenmiyorsa teyit (verifikasyon) YAPILMAZ

Laboratuvar numuneleri standart metodun öngörüleri ile farklı ise ve cihaz farklılıkları nedeni ile spesifiklik etkilenecekse teyit (verifikasyon) işlemi YAPILIR

Kategori 4- Yüksek Analiz Konsantrasyonu nicel analiz ve Kategori 5 Yüksek Analiz Konsantrasyonu üzerinde veya altında analit varlığı tespiti
(Limit test)

- **PERFORMANS KARAKTERİSTİKLERİ**

1)Doğruluk: Teyit Yap

Nasıl:Eğer metod dar konsantrasyon aralığında valide edilmiş ise veya metod limit test ise bir tane referans malzeme (referans standart/spike) kullanarak tek konsantrasyonda teyit yapılabilir. Eğer metodun ölçüm aralığı geniş ise doğruluğu en az bir düşük, bir orta, bir de yüksek konsantrasyonla yukardaki malzemeler yardımı ile teyit et.

Teyit Nedeni: Dar konsantrasyon aralığında doğruluk ve kesinlik değişmeyecektir. Bu nedenle bir konsantrasyon seviyesi teyit için yeterlidir.Geniş konsantrasyon aralığında doğruluk ve kesinlik değişebileceğinden farklı konsantrasyon seviyelerinde teyit yapılmalıdır.

2)Kesinlik: Teyit Yap

Nasıl:Eğer metodun konsantrayon değişimi dar ise bir kez tekrarlanabilirlik testi yapılarak teyit yapılabilir. Eğer metodun ölçüm aralığı geniş ise bir düşük, bir orta, bir de yüksek konsantrasyonla çalışılmalıdır.

Teyit Nedeni: Dar konsantrasyon aralığında doğruluk ve kesinlik değişmeyecektir. Bu nedenle bir konsantrasyon seviyesi teyit için yeterlidir.Geniş konsantrasyon aralığında doğruluk ve kesinlik değişebileceğinden farklı konsantrasyon seviyelerinde teyit yapılmalıdır. Analizciler arasında orta kesinlik çalışması yapıldığında tüm analizcilerin eğitimli ve metodu uygulayabilecek düzeyde olmaları gereklidir.

3)Spesifiklik: Teyit Yapılır veya Yapılmaz

Eğer laboratuvar numuneleri standart metodun öngörüleri ile aynı ise (aynı matriks) ve cihaz farklılıkları nedeni ile spesifiklik etkilenmiyorsa teyit (verifikasyon) YAPILMAZ

Laboratuvar numuneleri standart metodun öngörüleri ile farklı ise ve cihaz farklılıkları nedeni ile spesifiklik etkilenecekse teyit (verifikasyon) işlemi YAPILIR

Kategori 6 Nitel Analiz (Kalitatif Test)

- **PERFORMANS KARAKTERİSTİKLERİ**

MICROBIOLOGICAL METHODS

The performance characteristics needed for the validation and verification of each of three main categories of microbiological test methods are identified in Table 7.

Verification Guidelines

Verification of microbiological methods also requires that the following parameters are addressed:

1. Laboratory competency of achieving method performance characteristics on an on-going basis.

2. Analyst performance: Can your analysts perform the method with the equivalent degree of precision and accuracy?

Table 7. Categories of Microbiological Test Methods: Performance Characteristics Included in a Validation Study

Performance Characteristic	Identification	Quantitative	Qualitative (P/A)	Verification (where applicable)
Relative Accuracy	Yes	Yes	No	No
Matrix Effects	No	Yes	Yes	Yes
Precision	No	Yes	No	Yes
Selectivity	No	Yes	Yes	No
Specificity	Yes	Yes	Yes	No
Inclusivity	Yes	Yes	Yes	No
Exclusivity	Yes	Yes	Yes	No
False-Positive Rate	No	Yes	Yes	No
False-Negative Rate	No	Yes	Yes	No
LOD	No	Yes	Yes	No
LOQ	No	Yes	No	No
Ruggedness	Yes	Yes	Yes	No
Linearity/Range	No	Yes	No	No

KİMYASAL ANALİZLERDE İÇ KALİTE KONTROL VE KONTROL KARTLARI KULLANIMI

Dr. Hayrettin ÖZER

KİMYASAL ANALİZLERDE İÇ KALİTE KONTROL VE KONTROL KARTLARI KULLANIMI

Dr. Hayrettin Ozer

16 Mayıs 2013, ULAG
İSTANBUL

Sunum Planı

- İç kalite kontrol ve kalite kontrol çeşitleri
- İç kalite kontrol faaliyetleri
- Kalite kontrol grafikleri
- Kalite kontrol grafiklerinin yorumlanması
- Özet

Sonuçların kalitesinin sağlanması

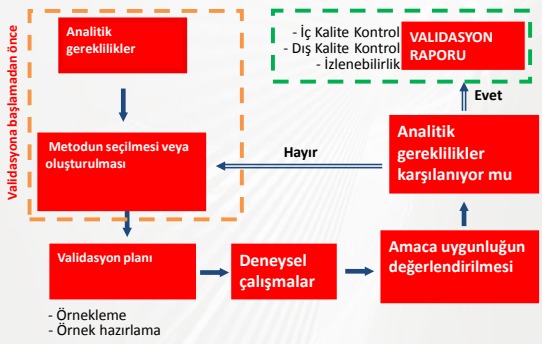
ISO/IEC 17025'e göre

- Laboratuvar yapmış olduğu testlerin geçerliliğini izlemek için kalite kontrol prosedürlerine sahip olmalıdır.
- Sonuçlar **eğilimlerin belirlenebileceği** şekilde kaydedilmeli ve sonuçların gözden geçirilmesi için istatiksel teknikler uygulanabilir olmalıdır.
- İzleme **iç kalite kontrolün** düzenli kullanımını da içerebilir..

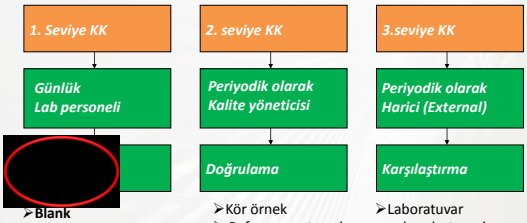
- *"Kalite kontrol dataları analiz edilmeli ve **önceden belirlenmiş kriterlerin** dışında çıkan sonuçlar olduğunda sorunun çözülmesi ve **doğru olmayan sonuçların raporlanmasını engellemek** için planlı olarak aksiyon başlatılmalıdır."*

3

Validasyon ve Kalite Kontrol



Kalite Kontrol Çeşitleri



- Blank
- Kalibrasyon standartları
- Paralel ölçümler
- Standart ekleme, internal standart kullanma vb.
- Referans materyal
- Başka bir metot ile çapraz kontrol
- Kontrol örnekleri – KK grafikleri

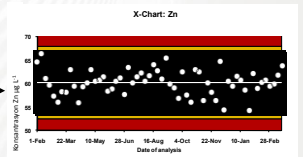
- Kör örnek
- Referans materyal

- Laboratuvar karşılaştırmaları
- Yeterlilik testleri

Laboratuvarda İç Kalite Kontrol Nedir?

- Laboratuarın kendi analitik prosedürlerini ve çalışma rutinini **sürekli izlemesi ve değerlendirmesidir**
- **Analitik sürecin tamamının kontrolü:** örneğin laboratuara girmesinden analiz raporuna kadar
  - veya analitik sürecin sadece **kritik parçaların kontrolü**

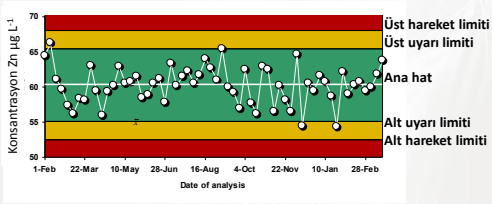
- Kontrol grafikleri KK için kullanılan önemli bir araçtır



TrainMiC

Kontrol Çizelgeleri

Kontrol numunelerinin değerleri zamana karşı olarak kontrol tablosunda grafiklendirilir.



Kontrol değeri: Zamana karşı olarak grafiği çizilen X ölçülen değeri (ya da KK numunesinin ortalama değeridir.)

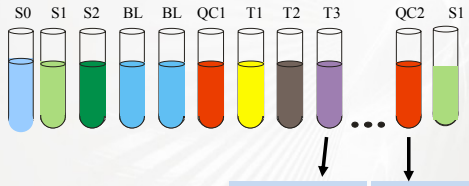
TrainMiC

Kontrol Örnekleri

Kontrol örneklerinin tipi

- Kurum materyalleri
- Standart çözeltiler
- Boş örnekler
- Matriks CRM/RM
- Test örnekleri

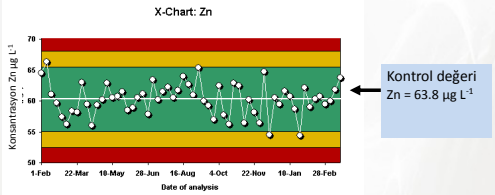
Analitik Akış - Kalite Kontrol Kurulumu



S0..S2 Standart çözeltiler
BL Boş örnekler
QC1.. Kalite Kontrol örnekleri
T1...T3 Test örnekleri

TrainMiC

KK grafiğindeki verilerin grafiklendirilmesi



- Kontrol örneği test örneği gibi aynı yolla işleme tabi tutulmalıdır .
- **Ancak:** En az bir basamak daha fazla
- **Bütün kontrol değerleri**
  LOD altındaki değerler
  Negatif olan değerler

Düşük derişimli örnekler

TrainMiC

Kontrol verilerinin değerlendirilmesi

X- ve R- Grafikleri

Denetim kuralları değişebilir, Nordtest el kitabına göre:
(www.nordicinnovation.net/nordtest.cfm)

Yeşil alan (uyarı limitleri içinde)
→test örneğinin sonuçları raporlanır

Kırmızı alan (Eylem limitleri dışında)
→ test örneğinin sonuçları raporlanmaz

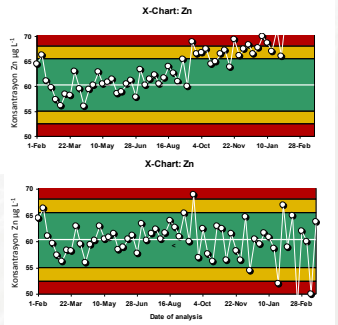
Sarı alan (uyarı ve eylem limitleri arasında)
→ değerlendirme için özel kurallar

TrainMiC

X-Grafikleri: Rastgele ve Sistematik etkiler

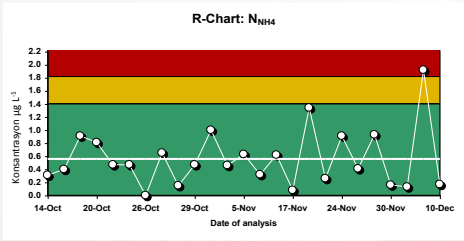
Sistematik

Rastgele



TrainMiC

Aralık Grafikleri, R veya %r: rastgele etki



Aralık grafiğinde

- *Ana hat*
- *Üst uyarı limiti*
- *Üst hareket limiti*

$$R = x_{max} - x_{min}$$

$$r\% = \frac{(x_{max} - x_{min})}{\bar{x}} \cdot 100$$

TrainMiC

X-Grafikleri için kontrol örnek gereksinimleri

- **En iyi çalışma için uygun test örneğinden ilgili konsantrasyonlarda yüksek miktarda kullanılmalıdır.**

Eğer olmazsa ...

- Tercihen benzer matris
- Önemli limitlere yakın olan konsantrasyon

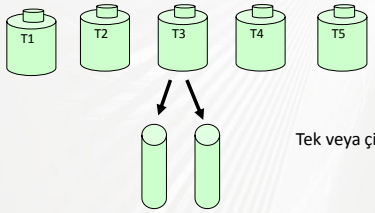


Diğer gereksinimler

- Homojenlik– test örneklerinin benzer olması
- Uygunluk (kullanım sırasında)
  - kaplardan dolayı değişiklik olmaması
  - alt örneklerin alınmasından dolayı değişiklik olmaması
  - Düzgün depolama
- Uzun süre kullanım için yeterli miktar

R&%r-Grafikleri için kontrol örnek gereksinimleri

R ve % r grafikleri için o gün analiz edilecek test materyallerini kullanarak 2 alt numunede analiz yapmak en iyisidir.



Tek veya çift ölçüm ?

TrainMiC

Kontrol limitlerinin ayarlanması

Kontrol limitleri 2 şekilde ayarlanır:

1) Metod performans karakteristiklerine dayanarak örneğin:KK örnek sonuçlarının standart sapması
   - Analitik kalite gerekliliklerinden bağımsız olarak

İstatistiksel kontrol limitleri

2) Müşteri gereksinimlerine dayanarak
   - Eğer elde edilmiş standart sapma ile teknik olarak mümkünse

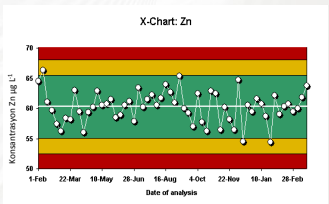
Hedef kontrol limitleri

İSTATİKSEL kontrol limitlerinin ayarlanması

Kontrol limitleri gereksinimlerden bağımsız olarak ayarlanır.

1)BAŞLANGIÇ limitlerini ayarlama :
Standart sapmaların hesaplanması için düzenli kalite kontrol örneklerinden 20-30 sonuca ihtiyaç duyulur ve ilgili uyarı limiti (± 2 *s*) hareket limiti (± 3 *s*) dir.

2) Güvenilir SABİT limitleri ayarlama:
Standart sapmaları hesaplamak için düzenli kalite kontrol örneklerinden uzun bir periyot içinde, örneğin bir yıl, alınmış 60'dan fazla sonuca ihtiyaç duyulur ve ilgili uyarı limiti (± 2 *s*) işlem limiti (± 3 *s*) dir.



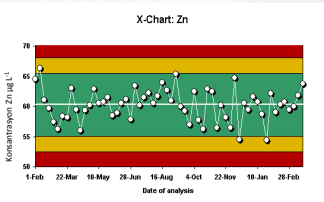
HEDEF kontrol limitlerinin ayarlanması

Kontrol limitleri gereksinimlere bağlı olarak ayarlanır.

s_{hedef} gereksinim üzerinden tahminidir.

- Uyarı limiti= ± 2 s_{hedef}
- Eylem limiti= ± 3 s_{hedef}

Çoklu analit analizlerdeki daha az önemli olan analitler için **hedef kontrol limitleri** kullanılabilir



ANA HAT ayarları

Ortalama ana hat

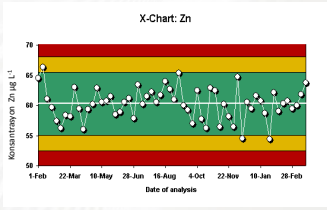
Ortalama değer, uzun bir zaman esnasında elde edilen kontrol değerlerinden tahmin edilir,mesela bir yıl

Ana hat bu ortalama değere koyulur.

Referans ana hat

Kontrol numunesi bir referans materyal veya iyi bir karakteristik materyaldir.

Ana hat referans değere koyulabilir.



Limit dışı değerlerin yorumu

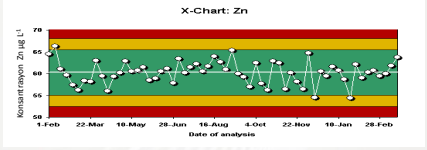
Prosedür aşağıdaki durumlarda **kontrol dışındadır**:

- Kontrol değerleri hareket limitlerinin dışındaysa,
- Son üç kontrol değerinden iki tanesi uyarıcı ve hareket limitlerinin arasında

Bu durumda rutin örneklerin sonuçları raporlanmaz.

Düzeltici faaliyet yapılmalıdır.

Son kontrol numunesinden sonraki numuneler kontrol edilmelidir.



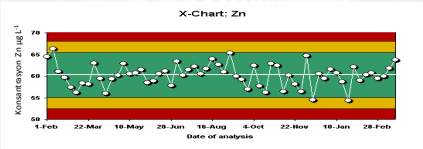
Limit içi değerlerin yorumu

Prosedür aşağıdaki durumlarda **kontrol altındadır** :

- Kontrol değerleri uyarı limitlerinin içindeyse
- Son üç kontrol değerinden bir tanesi uyarıcı ve hareket limitlerinin arasında

Bu durumda rutin örneklerin sonuçları raporlanabilir.

FAKAT.....

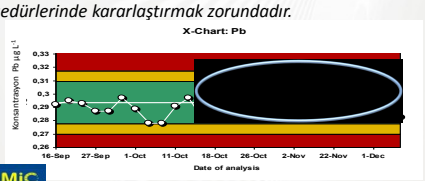


Limit içi değerlerin yorumu

- 7 adet birbirini izleyen kontrol değeri bir eğilim gösteriyorsa - değer artımı veya azalımı
- Ardışık 11 kontrol değerinin 10 tanesi ana hattın aynı tarafında duruyorsa

Bu durumda analist analitik sonuçları raporlayabilir

Önemli eğilimler mümkün olduğu kadar erken keşfedilmelidir ve her laboratuar bu eğilimlere nasıl davranılması gerektiğini prosedürlerinde kararlaştırmak zorundadır.



TrainMiC

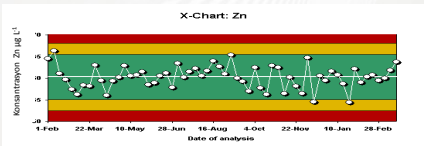
Diğer Limit Dışı Durumlar

ISO 8258 de başka kurallar da vardır;

- • Ana hattın bir tarafının sırasında dokuz nokta
- • Azalan veya artan altı nokta
- • Bir sırada aşağı ve yukarı dalgalanan on dört nokta

Westgard kurallarında (www.westgard.com) daha fazla kural:

- • Hareket ve uyarı limitleri arasındaki bir sırada dört nokta



Kontrol Grafiklerinin Sürekliliği

Kontrol numunelerinin değişimi

- •Yeni ve eski kontrol numunelerinin paralel çalışılması
- •Ana hat için yeni ortalama değeri kullanılması
- •Eğer benzer konsantrasyonda ise önceki kontrol örneklerinin s değeri hareket ve uyarı limitlerinin belirlenmesi için kullanılabilir

Kontrol limitlerini tahmin ederken **reddedilebilecek değerler**

Hareket & uyarı limitlerini belirlerken

- •Reddedilebilecek değerler için Grubbs testleri
- •Reddedilen değerler> ortalama ± 4 *s*

Özet - KK Grafikleri

1) Önceden belirlenmiş hareket ve uyarı limitlerinin ayarlanması
   - En az yılda 1, > 60 veri

   60 datadan sonra yapılacak olan değişiklik s değerindeki değişim %30 'dan fazla ise anlamlıdır (% 95
2) Önceden belirlenmiş merkez çizgisinin ayarlanması
   - En az yılda 1, > 60 veri

   60 datadan sonra yapılacak olan değişiklik merkez çizgideki değişim 0.35s 'den fazla ise anlamlıdır (% 95)
3) Kontrol numuneleri için yapılan analiz sayısı test numunelerinin analiz sayısı ile aynı olmalıdır.
4) Tüm kontrol değerlerinin planı çizilmelidir
5) Kontrol değerlerinin yorumu

   Kontrol dışındaki sadece iki kural

   3 *s* – bir değer hareket limitinin dışında

   2 *s* – son üçten ikisinin uyarı ve hareket limitlerinin arasında olması

SONUÇ

Dört ana konu

■ İç kalite kontrol; analiz sonuçlarımızın kalitesinin sürekliliğinin eş zamanlı olarak izlenebildiği araçlar topluluğudur .

■Hedef kontrol limitleri – müşterilerin ihtiyaçlarını karşılamalıyız.

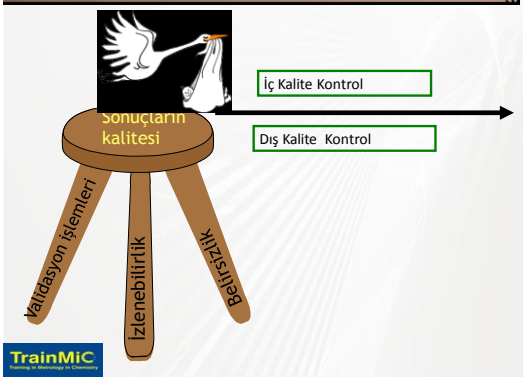
■Sağlam kontrol hatları ve merkez hattı elde etmek için çok sayıda veri ve uzun zaman (örneğin bir yıl) gereklidir.

■Yeşil alandaki bütün kontrol değerleri kabul edilebilir (şüphelenilecek durumlara dikkat edilmelidir).

Neden KK grafiği?

KK bize validasyon zamanında yapılan ölçüm prosedürünün hala çalıştığını söyleyebilir. – prosedürüm bugün çalışıyor mu?

Analitik Prosedürün yaşam süreci



Kullanılabilecek referanslar

KK için genel referans

ISO 7870-1:2007 Control charts - Part 1:
Presents key elements and philosophy of the control chart approach and an overview of the basic principles and concepts
ISO 8258 - General about Shewhart control charts

Kimyasal laboratuarlar için KK referansları

ISO 7873:1993 - About control charts with warning limits
IUPAC - Harmonized guidelines for Internal Quality Control in analytical chemistry laboratories,
RSC, AMC Technical brief No. 9 Feb 2002 – About QC based on duplicates of routine test samples
Nordtest TR 569 2007 (first ed 2005) Internal QC
ISO/DIS 13530.2 2008 QC for water analysis

TrainMiC



MİKROBİYOLOJİ LABORATUVARLARINDA KALİTE GÜVENCE
İç Kalite Kontrol Çalışmaları

Dr. H. Esra AĞEL

MİKROBİYOLOJİ LABORATUVARLARINDA KALİTE GÜVENCE

İç Kalite Kontrol Çalışmaları

Dr. H. Esra Ağel

I. ULAG
1.ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ SEMPOZYUMU VE SERGİSİ
16-18 MAYIS 2013 YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ DAVUTPAŞA KAMPÜSÜ 2010 AVRUPA KÜLTÜR BAŞKENTİ KONGRE VE KÜLTÜR MERKEZİ

Kalite güvencesi laboratuvar testleri ile ilgili sürecin tümünü kapsar



İç Kalite Kontrol

- Metot verifikasyonu ve iç/dış kalite kontrol birbirlerini tamamlayan kavramlardır.
- Bu nedenle bazı kaynaklarda iç ve dış kalite kontrol çalışmaları **devam eden verifikasyon** (On-going verification) olarak tanımlanmıştır.



İç Kalite Kontrol

- Laboratuvar çalışanlarının kullandıkları prosedürleri sürekli ve hızlı bir şekilde kontrol eder.



- İç Kalite Kontrol prosedürleri uygulanırken, kurulu sistemin doğru olduğu kabul edilmiştir ve bu doğrudan sapmalar araştırılır.
- Eğer sistemin kurulması aşamasında hatalar varsa bu yöntemle bunu ortaya çıkarmak mümkün değildir.
- Uzun bir zaman içerisinde ortaya çıkan sistematik hatalar gözden kaçabilir.



İç Kalite Kontrol Çalışmaları

HANGİ BASAMAKLARDA?

NE ZAMAN -NE SIKLIKLA ?

NASIL ?



Mikrobiyoloji Laboratuvarı İç Kalite Kontrol Programı

1. **Personel**
2. **Çevre Koşulları**
3. **Besiyeri ve Su kalitesi**
4. **Analizlerin Kalite Kontrolü-Referans Suşlar**
5. **Cihaz-Ekipman(Sıcaklık kontrol)**



İç denetim

1 . Personel

- Yetkinlik; Personel konunun özüne hakim ve konuda deneyimli olmalı,yeni başlayanlar eğitimden geçirilerek bir staj dönemi uygulaması sonrasında analizlerde görevlendirilmelidir.



- Kontrol;periyodik çalışmalar

İç Kalite Kontrol Çalışması	Amaç
Paralel örnek çalışma	•Belirsizlik tahmini
	•Analiz yapma onayı öncesinde operatörlerin kontrolü
Plak sayma egzersizleri	•Operatörler arası sayım farklılıklarını en aza indirmek •Sayım tutarlılığı geliştirmek için eğitim
Dilüsyon egzersizleri	•Seri dilüsyonların doğru yapılıp yapılmadığının kontrolü
Tekrarlanabilirlik	•Operatörlerin sonuç tutarlılığının kontrolü

2. Çevre Koşulları

- Laboratuvar çevreden kaynaklanabilecek kontaminasyonların engellenmesi için gerekli önlemleri aldığını ispatlayabilmelidir.
  - Bunun için hava ve yüzey örnekleri alınarak incelenmelidir.
- Laboratuvar sıcaklığı,
  - kalibreli bir termometre ile
- (Nem)
- (Havalandırma)



- Laboratuvarın temizlik planı dokümante edilmeli ve izlenmelidir.

2. Çevre Koşulları

Yapılan temizlik ve dezenfeksiyon işlemlerinin etkinliği periyodik olarak "dezenfektan etkinlik testi" ile incelenmeli ve gerektiğinde dezenfektan değiştirilmelidir.

Laboratuvar Ortamının Mikrobiyolojik Yük Kontrolü				
Kontrolü yapılan alan	Tarih	Toplam Bakteri (kob)	Maya-Küf (kob)	Kontrol eden (imza)

Ortam Sıcaklığı-Nem Kontrolü				
Kontrolü yapılan alan	Tarih	Sıcaklık	Nem	Kontrol eden (imza)

2. Çevre Koşulları

Mikrobiyoloji Laboratuvarı Hijyen Kontrol ve Takip Çizelgesi

Kontrol Edilecek Alanlar	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31
Zemin (Hergün)																															
Tezgahlar (Hergün)																															
Lavabo (Hergün)																															
Otomatik Pipet (Her kullanım sonrası)																															
Duvarlar (Ayda bir)																															
Pencereler (Ayda bir)																															
KONTROL EDEN (İmza)																															

	Ocak	Şubat	Mart	Nisan	Mayıs	Haziran	Temmuz	Ağustos	Eylül	Ekim	Kasım	Aralık
Dolap/ Çekmece (6 ayda bir)												
Tavan/Işıklar (6 ayda bir)												

3. Besiyeri ve Su Kalitesinin Kontrolü

Laboratuvarda hazırlanan her bir parti besiyerinin (aynı zaman diliminde hazırlanmış aynı kod ile tanımlanmış besiyeri) kalite kriterlerine uygunluğu değerlendirilmelidir. Kalite kriterlerini sağlamayan besiyeri partisi kullanılmamalıdır.

Hazırlanan besiyerlerinin raf ömrünün ve saklama koşullarının kontrolü için etiketlenmelidir.

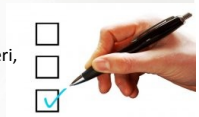
Her yeni alınan marka ve/veya yeni lot numaralı besiyeri için;

- **Fiziksel Kalite Kriterleri**

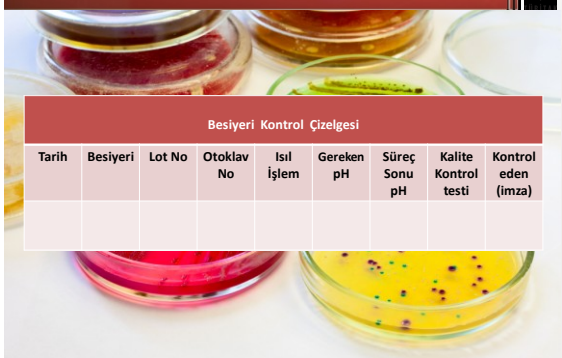
(pH,hacim, by kalınlığı, renk, berraklık, vs)

- **Mikrobiyolojik Kalite Kriterleri**

(mikrobiyal kontaminasyon, koloni morfolojileri, verimlilik ve seçicilik)



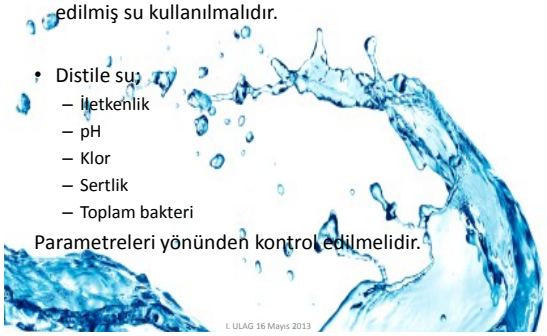
3. Besiyeri ve Su Kalitesinin Kontrolü



Besiyeri Kontrol Çizelgesi								
Tarih	Besiyeri	Lot No	Otoklav No	Isıl İşlem	Gereken pH	Süreç Sonu pH	Kalite Kontrol testi	Kontrol eden (imza)

3. Besiyeri ve Su Kalitesinin Kontrolü

- Yalnızca distile su ya da iyon değiştirici ile muamele edilmiş su kullanılmalıdır.



- Distile su;
  - İletkenlik
  - pH
  - Klor
  - Sertlik
  - Toplam bakteri

Parametreleri yönünden kontrol edilmelidir.

4. Analizlerin Kalite Kontrolü-Referans Suşlar

• Beklenmeyen bir sonuç alındığında yapılabilecek fazla bir şey yoktur. Asıl önemli olan hataların en aza indirildiğinden emin olunmasıdır. Bu ise referans suşlar ile çalışmakla sağlanır.

•Gıda mikrobiyolojisi laboratuvarında bu amaçla basit bir kültür kolleksiyonu bulunmalıdır.





4. Analizlerin Kalite Kontrolü-Referans Suşlar

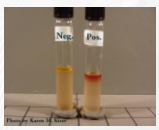
- Kullanılan referans kültürlerde izlenebilirlik sağlanmalıdır.
  - Referans kültürler derin dondurucuda veya liyofilize formda muhafaza edilmelidir.
  - Referans kültürden çalışma kültürleri hazırlanmalı ve bunlar kullanılmalıdır.
  - Referans kültür bir kere çözüldüğünde bir daha kullanılmamalı ve yeniden dondurulmamalıdır.
  - Kullanılan kültürlerin saflık kontrolü yapılmalıdır.
- Referans suşlar testin kesinliğini (tekrar edilebilirliğini) ve doğruluğunu izlemede kullanılır.
- Referans suşlar en az ayda bir kez analiz edilen örneğe ilave edilerek beklenen, pozitif ve negatif sonuçların alındığı görülmelidir.
- Referans suşlar, standart test yöntemlerin aynısı kullanılarak test edilmelidir.



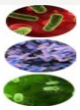
4. Analizlerin Kalite Kontrolü-Referans Suşlar

- Biyokimyasal (ve yapılıyor ise serolojik) testler de aynı şekilde pozitif ve negatif şahit kültürler ile kontrol edilmelidir.
- Beklenen sonucu verecek olan bakteri **pozitif kontrol**, vermeyecek olan **negatif kontrol** olarak tanımlanır.

Örneğin; indol testi yapmak için 10 ml kültür üzerine 0,5 ml Kovacs' indol çözeltisi katıldığında 3-5 saniye içinde üstte vişne çürüğü halka oluşumu pozitif sonuç olarak değerlendirilirken bu renk bir halka olmaması negatif sonuçtur.



• Sadece testler değil kullanılan besiyerlerinin performansı da aynı şekilde referans suşlarla kontrol edilmelidir.





4. Analizlerin Kalite Kontrolü-Referans Suşlar

- Gıda mikrobiyolojisi laboratuarları iç kalite kontrol amacıyla kantitatif analizler için kesinliği, kalitatif analizler için ise hassasiyeti değerlendirmelidirler. Doğruluk dış kalite kontrol çalışması ile izlenir.
- **Kantitatif** mikrobiyolojik analizlere yönelik iç kalite kontrol çalışmasında; aynı örnekten elde edilen iki analiz sonucu arasındaki farkın, belirlenen limit değerler ile karşılaştırılması kesinliğe yönelik en pratik iç kalite kontrol çalışması olacaktır.
- İç kalite kontrol çalışmaları sayesinde laboratuarlar gerektiğinde ölçüm belirsizliklerinin yeniden hesaplanması için her zaman güncel kesinlik verilerine sahip olacaklardır.



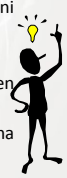
4. Analizlerin Kalite Kontrolü-Referans Suşlar

- **Kalitatif** metotların verifikasyonu amacıyla **hassasiyet** (sensitivity) değerlendirilmelidir ve bu amaçla düşük düzeyde kontamine edilen (Örneğin, 5-10 kob/25 g) örnekler kullanılmalıdır.
- Hedef kontaminasyon düzeyinin 5 kob/25 g' ın altında olması durumunda analize aldığımız örnek hedef bakteriyi içermeyebilir. Bu durumda negatif sonuçların yorumlanması problem olacaktır.



4. Analizlerin Kalite Kontrolü-Referans Suşlar

- Her analiz sırasında pozitif ve negatif şahit bakteriler kullanılarak sistemin tümüyle kontrol edilmesi gereksizdir ve bu kontrolün ayda bir kez yapılması veya testler için yeni çözelti hazırlandığında yapılması yeterlidir.



- Bununla beraber her analizle beraber yapılması gereken çalışmalar:
- Ekim yapilmamis besiyerinin analizle beraber inkubasyona alinmasi,
- Dilusyon sivisinin kontrolu icin besiyerine ekilmesi,
- Drigalski spatülünün dezenfekte edildiği alkolün kontrolü için burada tutulan spatülün alevden geçirilmeden bir besiyerine aktarılması.

5.Cihaz- Ekipman

- **Bakım ve onarım**
  - Çarpraz kontaminasyonun önlenmesi
  - Temizlik
  - Periyodik bakım
- **Kalibrasyon**
  - Kalibrasyon planı
  - Performans doğrulama
    - Yer değiştirme veya önemli onarım sonrası
- **Sapmaların izlenmesi**
  - Günlük kontrol ve /veya her çalışma öncesi kontrol. (teraziler, inkübatör, su banyosu,soğutucular)



Ölçüm ekipmanları için tolerans değerleri oluşturulmalıdır.

Cihaz Bakım Onarım Kayıt Çizelgesi

Laboratuvar Adı/No : Marka/Model : Cihaz Demirbaş/Seri No :		..... CİHAZI		
Tarih	Bakım/Onarım İşlemi	Sonuç/Açıklama	İmza (Bakımı Yapan)	Kontrol eden (İmza)

Ağırlık Kontrol Çizelgesi

Cihaz	Sertifika No	Ölçüm Aralığı	Referans Ağırlık	Tolerans Sınırı

Tarih	Saat	Okunan değer	Onay/Açıklama	Tarih	Saat	Okunan değer	Onay/Açıklama
		1 2 3				1 2 3	

pH Metre Kontrol Çizelgesi

Cihaz	Buffer sertifika No	Buffer sertifika No	Buffer sertifika No	Buffer sertifika No	Tolerans	Dönem

Tarih	Saat	pH: Tampon okunan değer	pH: Tampon okunan değer	pH: Tampon okunan değer	pH: Tampon okunan değer	Sıcaklık	Sorumlu
		1 2 3	1 2 3	1 2 3	1 2 3		

5.Cihaz- Ekipman

- Otoklav ısı-basınç-süre kontrolü
- İnkübatör ve su banyolarının günlük ısı kontrolü
- Soğutucuların günlük ısı kontrolü



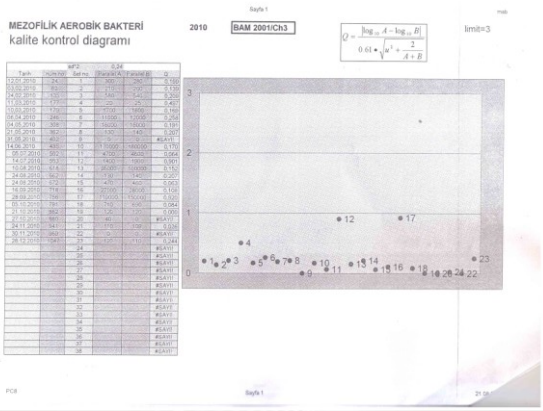
Sıcaklık Kontrol Çizelgesi

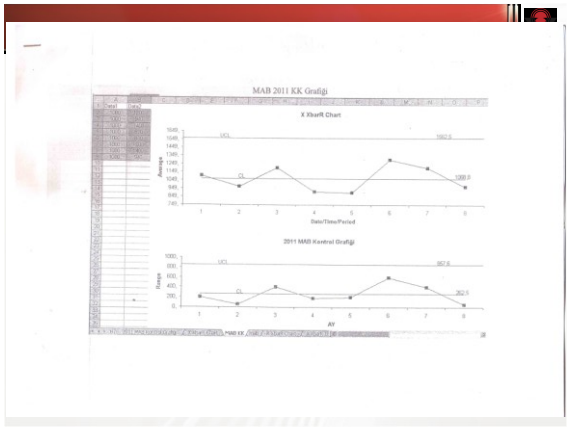
Cihaz adı/no:		Çalışma aralığı:		Kalibrasyon Sertifikası:	
Dijital gösterge kalibrasyon aralığı		Sertifika No:		Düzeltme değeri: İstenen sıcaklığın düzeltme değeri sertifikada yoksa enterpolasyon uygulanır.	

Tarih:	Sıcaklık °C			Saat	Kontrol eden	Tarih:	Sıcaklık °C			Saat	Kontrol eden
	Set	Okunan	Düz. Değ.				Set	Okunan	Düz. Değ.		

Kaynaklar

- ISO 7218: Microbiology of food and animal feeding stuffs – General rules for the microbiological examinations
- NMKL report no. 5: Quality Assurance Guidelines for microbiological laboratories
- http://mikrobiyolojirehberi.com/wpcontent/uploads/2012/08/1.5-Kalite-Kontrol.pdf
- AOAC INTERNATIONAL BPMM Task Force Final Report 8-7-06, 2006, Presidential task force on best practices for microbiological methodology.
- EA 04/10, 2002, Accreditation for Microbiological Laboratories.
- ISO 16140, 2003, Microbiology of food and animal feeding stuffs - Protocol for the validation of alternative methods.
- ISO 5725-3, 1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method.
- ISO/IEC 17025, 2005, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories.
- ISO/TS 19036, 2006, Microbiology of food and animal feeding stuffs - Guidelines for the estimation of measurement uncertainty for quantitative determinations.




MAB 2011 KK Grafiği
X Xbar/R Chart
UCL
1662.6
CL
1388.9
Mean
Date/Time/Period
2011 MAB Kontrol Grafiği
UCL
957.6
CL
362.5
Range
AY



DIŞ KALİTE KONTROL ve YETERLİK TESTLERİ

Dr. Fatma AKÇADAĞ

DIŞ KALITE KONTROL ve YETERLİK TESTLERİ



Dr. Fatma AKÇADAĞ

İstanbul, 16.05.2013

1

İçerik

- Tanımlar
- Neden katılım?
- Laboratuvarlar arası karşılaştırmalar nasıl organize edilir?
- Değerlerin belirlenmesi ve performans değerlendirme
- TÜBİTAK UME Referans Malzemeler YT Çalışmaları
- YT seçimi
- YT katılım planı

2

Tanımlar

- Laboratuvarlar Arası Karşılaştırmalar - LAK
  "İki veya daha fazla sayıda laboratuvar tarafından önceden belirlenmiş şartlara uygun olarak aynı veya benzer konularda test veya ölçümlerin düzenlenmesi ve performansının değerlendirilmesi"

  [ISO/IEC 17043, 3.4]

- Yeterlilik Testi - YT
  "Laboratuvarlar arası karşılaştırmalar yoluyla önceden belirlenmiş kriterlere göre katılımcı performansının değerlendirmesi "

  [ISO/IEC 17043, 3.7]



3

Neden katılım?

- Laboratuvarlardaki problemleri tanımlar ve İyileştirici faaliyetleri
- Test veya ölçüm metotlarının etkinliğini ve karşılaştırılabilirliğini belirler
- Müşterilere karşı ilave güvenirlik
- Laboratuvarlar arası farkları tanımlar
- Belirsizlik hesaplamasında,
- Referans maddenin değerini belirlemesi,
- Metodun karakteristiklerinin belirlenmesi



4

Neden Katılım?

"güven iyidir, kanıt daha iyidir"

- Laboratuvarın,
  - 'kendisine' (laboratuvar içinde)
  - Müşterilerine
  - 3. kuruluşlara (örneğin akreditasyon)

  yeterliliğini göstermek için
- Ölçüm yeteneğini geliştirmek için *(eğitim açısından)*
- *Laboratuvar, test sonuçlarının geçerliliği izlemek için kalite kontrol prosedürlerine sahip olmalıdır. …..Bu izleme planlanmalı ve gözden geçirilmeli ….b) laboratuvarlar arası karşılaştırmalar veya yeterlilik testi programlarına katılımı içermelidir.*

  [ISO/IEC 17025: 5.9.1]

5

Yeterlilik testi programları

- **Plan**
- **Düzenleme**
- **Değerlendirme**

6

Yeterlilik testi programları

- **Plan**

  YT düzenleyicileri, deney programını başlatmadan programın
  - amaç ve hedeflerinin belirlenmesi
  - organizatörün seçilmesi
  - taşeron seçilmesi
  - katılımcıların seçilmesi
  - örneğin ve ölçülen büyüklüğün seçilmesi
  - ölçüm aralığının belirlenmesi
  - malzeme tedarikçisinin seçilmesi
  - test malzemesinin hazırlanması
  - homojenizasyon ve kararlılık deneyleri
  - referans değerin ve belirsizliğinin belirlenmesi

[ISO/IEC 17043: 4.4]

7

Yeterlilik testi programları

- **Düzenleme**
  - Test numunelerinin katılımcılara dağıtılması
  - Katılımcıların test örneğini analiz etmesi
  - Katılımcıların sonuçları organizatöre raporlaması

8

Yeterlilik testi programları

- **Değerlendirme**
  - Sonuçların değerlendirilmesi
    - Planlama aşamasında referans değer belirlenmedi ise referans değer belirlenmesi
  - Sonuçların katılımcılara raporlaması

    ➔ Düzeltici faaliyet

9

Homojenlik ve kararlılık

Amaç;

her katılımcının karşılaştırılabilir YT numunesi alması ve bu numunelerin çevrim süresince kararlı kalmasının sağlanmasını

Homojenlik;

- En az 10 numune
- En az 2 paralel çalışma

$$s_s \leq 0{,}3\,\hat{\sigma}$$

s_s : örnekler arası standart sapma

$\hat{\sigma}$: YT değerlendirmesi için standart sapma

[ISO 13528: Annex B]

10

Homojenlik ve kararlılık

Karalılık

- En az 3 örnek
- En az 2 paralel çalışma

$$|\bar{x}_{..} - \bar{y}_{..}| \leq 0{,}3\hat{\sigma}$$

$\bar{x}_{..}$: kararlılık testi sonuçlarının ortalaması

$\bar{y}_{..}$: homojenlik testi analiz sonuçların ortalaması

[ISO 13528: Annex B]

11

Performans değerlendirme

- Fark

  $D = x - X$

x: katılımcının sonucu,
X: atanmış değer

- Yüzde Fark

$$\%\,D = \frac{(x - X)}{X} \times 100$$

- z-skorları

$$z = \frac{x - X}{\hat{\sigma}}$$

$\hat{\sigma}$: YT değerlendirmesi için standart sapma

[ISO/IEC 13528: 7]

12

Performans değerlendirme

- Zeta-skorları

$$\zeta = \frac{x - \zeta}{\sqrt{u_x^2 + u_X^2}}$$

u_x: katılımcı laboratuvarın sonucunun birleştirilmiş standart belirsizliği
u_X: atanmış değerin standart belirsizliği

z-skorları gibi yorumlanır.

- E_n sayıları

$$E_n = \frac{x - \zeta}{\sqrt{U_x^2 + U_X^2}}$$

U_x: katılımcı sonucunun genişletilmiş belirsizliği
U_X: atanmış değerin genişletilmiş belirsizliği

13

Referans değerin belirlenmesi

- Bilinen değerler
- Sertifikalı referans malzemeler (CRM)
- Referans değerler
  - yeterlilik deney numunesinin ulusal veya uluslar arası izlenebilirliği olan bir referans malzeme ile analizi ve referans değerin belirlenmesi, (içme ve atık su, ketçap, yağ asitleri)
- Uzman laboratuvarların sonuçlarından
  - geçerli kılınmış metot
  - yeterliliği ve doğrulukları kanıtlanmış
- Katılımcı sonuçlarından

[ISO/IEC 13528, ISO/IEC 17043 ve IUPAC, 2006]

14

Standart sapma değerinin belirlenmesi

- amaca uygun performans, yargı tarafından veya yasal gereklilikler
  - tavsiye edilen değer,
- daha önceki YT çalışmalarından veya tecrübelere dayalı beklentiler,
- Bir istatistiksel modelden,
  - Horwitz
- kesinlik deneyinin sonuçları veya,
- katılımcı sonuçları,

[ISO/IEC 13528: 6]

15

Performansın değerlendirilmesi

Performans	z-skorları	Zeta-skorları	E_n Sayıları
uygun	$\|z\| \le 2$	$\|\zeta\| \le 2$	$\|E_n\| \le 1{,}0$
sorgulanması gerekir	$2 < \|z\| < 3$	$2 < \|\zeta\| < 3$	
uygun değil	$\|z\| \ge 3$	$\|\zeta\| \ge 3$	$\|E_n\| > 1{,}0$

16

Yeterlilik testleri

EURACHEM/Türkiye Yeterlilik Testi Çalışma Grubu,

- 2000 yılında ilk yeterlilik testi çalışması düzenlendi.
- "KJELDAHL Metodu ile Azot Tayini" 1 kez,

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) Kimya Grubu,

- 2001'den itibaren yılda 2 kez,

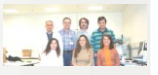




17

Düzenlenen yeterlilik testleri

Konu	Başlama Yılı	Mevcut Durum
Ürede Azot Tayini	2000	2000
Gıda maddelerinde Nem Kül, Yağ ve Azot Tayini	2001	Devam Ediyor
İç Suyunda Metal Tayini	2001	Devam Ediyor
Gıda Maddelerinde Aflatoksin Tayini	2002	Devam Ediyor
İçme Suyunda Anyon tayini	2003	Devam Ediyor
Atık Suda KOİ Tayini	2003	Devam Ediyor
Prinç Ununda Metal Tayini	2003	2003
Fuel Oil'de Kükürt Tayini	2003	2003
Kömürde Kükürt Tayini	2003	2003
Salçada Metal Tayini	2004	Devam Ediyor
Balda HMF Tayini	2004	2005
Domateste Klorlu Pestisit Tayin	2004	Devam Ediyor
Ketçapta Benzoat ve Sorbat Tayini	2004	Devam Ediyor
Alkolsüz İçeceklerde Kafein ve Benzoat Tayini	2005	2007
Alkollü İçeceklerde Metanol Tayini	2005	2007
Ayçiçek Yağında Kırılma İndisi, Peroksit sayısı ve İyot Sayısı Tayini	2005	Devam Ediyor
Ayçiçek Yağı Yağ Asitleri Kompozisyonu Tayini	2005	Devam Ediyor
Balda HMF, Glikoz, Fruktoz ve Sakkaroz Tayini	2006	Devam Ediyor
Atık Suda Metal Tayini	2006	Devam Ediyor
Suda pH ve İletkenlik Tayini	2006	2006
Suda pH Tayini	2007	Devam Ediyor
Suda İletkenlik Tayini	2007	Devam Ediyor
Suda Askıda katı Madde Tayini	2011	Devam Ediyor
Suda Katyon Tayini	2012	Devam Ediyor



18

Düzenlenecek klinik yeterlilik testleri

Konu	Başlama Yılı
Serumda 25(OH) Vitamin D_2 ve D_3 Tayini	2013
Kandada Hemoglobin A_1C Tayini	2013
Serum veya Plazmada Glikoz Tayini	2013
Serum veya Plazmada Kreatinin Tayini	2013
Serum veya Plazmada Kolesterol Tayini	2013
Serum veya Plazmada AST Tayini	2013
Serum veya Plazmada ALT Tayini	2013
Serum veya Kanda Element Tayini	2013



19

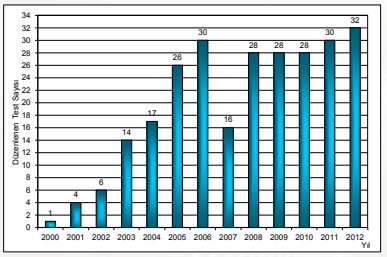
Planlanan YT testleri

Konu	Başlama Yılı
Toprakta pH Tayini	2013
Toprakta Elektriksel Öziletkenlik Tayini	2013
Atık Yağlarda Metal Tayini	2013
Toprakta Metal Tayini	2013



20

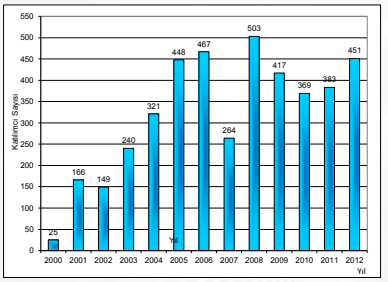
Yıllara göre düzenlenen YT sayı



- 260 adet YT

21

YT yıllara göre katılımcı sayısı



- 4203 katılım

22

Başvuru, sonuç bildirme ve sonuç raporu

http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/

- Numune hazırlama ve değerlendirme
  - Teknik Komite
- Numuneler
  - Sertifikalı referans malzemeler,
  - Sertifikalı malzemeler,
  - Laboratuvarda hazırlananlar,

23

İçme Suyunda Metal Tayini (2001)

	As	Cd	Cr	Cu	Fe	Hg	Mn	Ni	Pb	Sb	Zn
Referans	50	10	60	60	75	5	50	50	20	10	80
	2,00	10,20	100,20	13,00	121,40	2,23	40,80	19,60	10,00	10,30	11,74
	25,20	7,47	53,01	43,20	19,56	3,94	45,65	46,34	15,77	10,60	50,80
	35,00	8,90	54,80	49,05	49,50	4,01	48,80	48,58	19,82	10,98	76,20
	38,73	9,23	57,54	52,68	69,00	4,74	49,13	49,20	20,08	11,20	81,20
	40,50	9,78	59,00	55,60	69,20	4,76	49,98	49,33	20,20	11,29	84,01
	44,69	10,00	60,51	59,51	74,10	17,50	50,33	49,41	20,91	12,76	84,50
	50,48	10,00	61,83	59,52	76,40	19,40	50,72	50,20	21,88	147,54	86,00
	50,83	10,12	62,40	60,40	98,00	21,75	51,40	57,67	24,83		88,00
	55,12	10,78	65,67	60,40	110,80	103,43	52,23	59,96	31,90		90,08
	463,14	11,60	80,04	62,26	126,00		52,40	65,00	46,66		92,80
		11,67	80,47	63,67	139,80		58,00	65,80	93,33		98,83
		17,80	89,20	64,06	143,00		59,00		168,49		99,17
		22,00	183,80	65,00	274,40		61,37		211,20		101,00
		26,45	239,60	79,90			101,40				101,00
		104,00		99,20							101,10
											9466,67
z-skoru											
z <2	50	73	33	57	73	44	86	80	38	86	50
2 < z <3	10	0	0	0	7	0	7	0	15	0	31
z >3	40	27	67	43	20	56	7	20	46	14	19

24

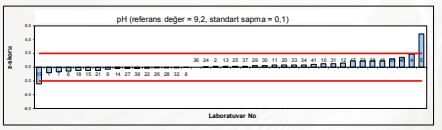
İçme Suyunda Metal Tayini (2011)

Lab. No	Al			As			Cd			Cr			Cu			Fe		
	Referans değer = 64,04 µg/l			Referans değer = 9,81 µg/l			Referans değer = 4,91 µg/l			Referans değer = 24,23 µg/l			Referans değer = 76,91 µg/l			Referans değer = 72,18 µg/l		
	Standart sapma = 7,05 µg/l			Standart sapma = 0,61 µg/l			Standart sapma = 0,26 µg/l			Standart sapma = 0,89 µg/l			Standart sapma = 2,65 µg/l			Standart sapma = 3,77 µg/l		
	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z
1	54,5	0,75	-1,35	-	-	-	4,57	0,07	-1,31	24,7	0,18	0,53	80	0,836	1,17	55,1	0,413	-4,53
2	61,59	1,501	-0,35	8,68	0,143	-1,52	4,73	0,053	-0,69	23,67	0,297	-0,63	88,35	1,234	-3,23	63,99	0,895	-2,17
3	-	-	-	-	-	-	<20	-	-	24,5	0,71	0,30	75	4,71	-0,72	65	3,77	-1,90
4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
5	53,67	0,05	-1,47	9,38	0,06	-0,70	4,33	0,04	-2,23	23,46	0,15	-0,87	88,12	0,3	-3,32	62,11	0,54	-2,67
6	-	-	-	-	-	-	36,91	2,76	123,08	-	-	-	-	-	-	-	-	-
7	51,25	2,6	-1,81	9,24	0,12	-0,93	4,64	0,14	-1,04	23,69	1,71	-0,61	82,85	1,6	-0,31	66,08	1,46	-1,62
8	59	1,47	-0,71	9,5	0,32	-0,51	5	0,01	0,35	25	1,32	0,87	82	1,89	1,92	72,5	1,04	0,08
9	30,88	0,308	-4,70	13	0,02	5,23	3,568	0,074	-5,20	24,03	0,03	-0,22	69,195	0,035	-2,91	61,405	0,055	-2,86
10	35,1	-	-4,10	8,4	-	-2,31	3,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
11	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
12	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
13	55,59	-	-1,20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
14	32,55	0,84	-4,47	6,83	0,44	-4,89	4,39	0,24	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
15	71,26	5	1,03	7,76	0,1	-3,33	5,08	0,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
16	58,36	-	-0,81	12,62	-	4,61	4,75	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
17	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
18	70	0,3	0,85	9	0,1	-1,33	8	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Hesaplanan Parametre	Al	As	Cd	Cr	Cu	Fe
Laboratuvar sayısı (n)	12	10	12	12	12	12
Median (µg/l)	55,05	9,12	4,69	24,27	73,06	64,50
Ortalama değer (µg/l)	52,81	9,46	7,45	24,34	72,66	63,84
Referans değer (µg/l)	64,04	9,81	4,91	24,23	76,91	72,18
Standart sapma (µg/l)	7,05	0,61	0,26	0,89	2,65	3,77
Maksimum değer (µg/l)	71,26	13	36,91	26	82	72,5
Minimum değer (µg/l)	30,88	6,83	3,5	23,1	62,85	55,1
Dağılım aralığı (Maks-Min)	40,40	6	33,4	3	19	17,4

25

Suda pH tayini



Hesaplanan Parametre	pH
Laboratuvar sayısı (n)	40
Ortalama değer	9,22
Median	9,2
Referans değer	9,2
Sandart sapma	0,1
Maksimum değer	9,68
Minimum değer	8,955
Dağılım aralığı (Maks-Min)	0,73

26

IMEP-16



Ölçülen büyüklük (measurand) = Şarap şişesinde Pb derişimi

Matriks = Şarap

Metotlar = (ET/GF) AAS

ICP-MS, ICP-AES

Katılıcı Sayısı: 130

Tecrübeli Laboratuvarlar: E/H

Kalite Sistemi : E/H

Akreditasyon: E/H

IMEP®

[TrainMiC]

27

LAK'a katılıyorum

Ölçülen Büyüklük & Matriks biliniyor

Laboratuvar Kodu = X

Ülke = ???

Kullanılan Cihaz: ####

Numuneye uygulanan işlemler (çözme (digestion), ekstraksiyon, …)

Kalibrasyon (iç (int), dış(ext), standart ekleme)

Nem düzeltmesi (uygulanabildiğinde)

Belirsizlik Bütçesi? ☐ E ☐ H

Konu ile ilgili Tecrübe? ☐ E ☐ H

Kullanılan Metot? ☐ E ☐ H

Kalite Sistemi? ☐ E ☐ H

Akreditasyon? ☐ E ☐ H

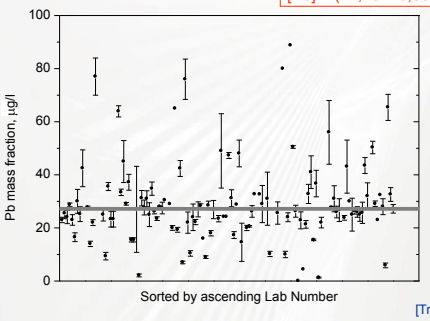
Elde edilen sonuç:
[Pb] = (25,5 1,6) mg/l (k = 2)

28

[TrainMiC]

Tüm sonuçlar

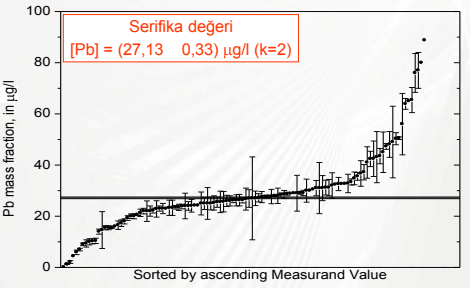
Sertifika değeri
[Pb] = (27,13 0,33) µg/l (k=2)



[TrainMiC]

29

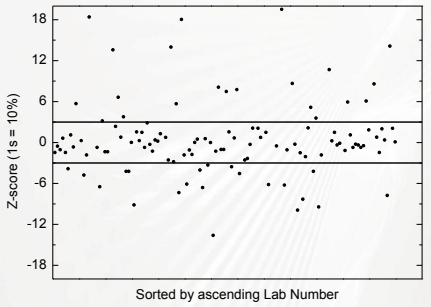
IMEP grafiği



[TrainMiC]

30

z-skorları



3

[TrainMiC]

31

Nasıl uygulanır?

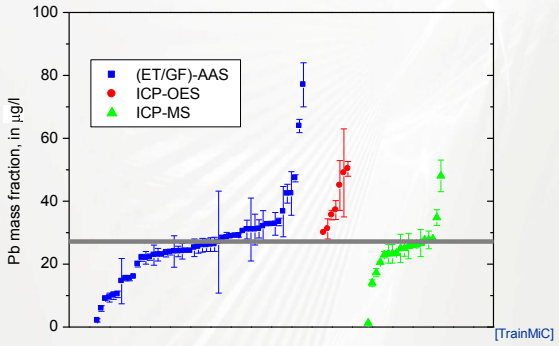
	value	U (k=2)	u	RSu
ref	27,13	0,33	0,165	0,6%
lab	25,5	1,6	0,8	3,1%
		Genişletilmiş	Bileşik	

% Fark =	% 6	
z =	0,54	geçti
zeta skoru =	1,99	geçti

[TrainMiC]

32

Deneysel metotlar



[TrainMiC]

33

YT Seçimi

- Laboratuvar için uygun YT seçmek önemli
- Laboratuvarlar ölçüm amaçlarına uygun YT'ye katılmak için planları ve stratejileri olmalı
- Laboratuvar YT seçerken;
  - Ne kadar sıklıkta ve hangi seviyede katılmalıyım?
  - YT benim için uygun mu?
  - Sağlayıcı yeterli yetkinliğe sahip mi?
  - Sağlayıcının herhangi bir üretici firma (cihaz, kimyasal veya kalibratör…) ile bağlantısı var mı?
  - Gizlilik
  - Maliyet

34

YT katılım planı

- Laboratuvar diğer QA ölçütlerini de analiz ederek YT katılım düzeyini ve sıklığını belirlemelidir. QA olarak;
  - Sertifikalı Referans Malzemelerin düzenli kullanımı
  - Bağımsız teknikler ile analizlerin karşılaştırılması
  - Metot geliştirme/geçerli kılma ve/veya referans malzeme karakterizasyon çalışmalarına katılmak
  - İç kalite kontrol ölçümlerinin kullanımı
  - Diğer laboratuvarlar arası/içi karşılaştırmalar
    - Bilinmeyen bir numunenin laboratuvar içinde analizi gibi

[EA 4-18]
[ILAC P-9]

35

YT katılım planı

- Laboratuvar risk düzeyi:
  - Yapılan deney/kalibrasyon/ölçüm sayısı
  - Teknik personelin değişim oranı
  - Teknik personelin bilgi ve tecrübesi
  - İzlenebilirlik kaynağı (referans malzemelerin, ulusal standartlar bulunması, vb)
  - Ölçüm tekniğinin bilinen kararlılığı/kararsızlığı
  - Deney/kalibrasyon verilerinin son kullanımı ve önemi
    - adli tıp yüksek seviyede garanti/güven gerektiren bir alan

36

YT katılım planı

- ölçümün teknik özellikleri, YT programlarının eksikliği, sektördeki mevcut laboratuvarların az sayıda olması gibi YT nedeniyle bazı sektörlerin YT katılımı zor olabilir.
- Bazı alanlarda; deney/kalibrasyonun sadece belirli bir kısmı için YT çalışmasına katılım mümkün veya ekonomik olarak uygun olabilir
  - Örnek:
    - Basit objeler üzerinde EMC testi
  - Bu alanlarda diğer QA/QC ölçümlerinin uygunluğu büyük önem taşır.
- YT katılım tipi sıklığına ilişkin yasal gereksinimler

37

YT çeşitleri

- akreditasyon kurumlarını kabul edilebilecek farklı YT çalışmaları:
  - Akreditasyon kuruluşları veya ILAC, EA, APLAC ve metroloji enstitüleri gibi bağımsız kuruluşlar tarafından düzenlenen
  - Tek seferlik veya sürekli bir uygulama gibi yeterli sayıda laboratuvarlar tarafından düzenlenen laboratuvarlar arası karşılaştırmalar
  - Veri karşılaştırmak amacıyla diğer bir veya daha fazla dış laboratuvara bir iç örnek veya nesnenin gönderilmesi

38

Kaynaklar

- ISO/IEC 17043: 2010 Conformity assessment - General requirements for proficiency testing,
- ISO/IEC 17025: 2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- ISO 13528: 2005 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons,
- EA 4-18 Guidance on the level and frequency of proficiency testing participation, 2010
- Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes, Eurachem, Second Edition, 2011
- Thompson, M., Ellison, S. L. R., and Wood, R., " The International Harmonized Protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories", IUPAC Technical Report, Pure and Applied Chemistry, Vol. 78, No. 1, pp. 145-196, 2006
- TrainMiC Training Materials, Inter Laboratory Comparison

39

UME

İlginiz için teşekkür ederim.



İletişim

Dr. Fatma AKÇADAĞ

T +90 262 679 50 00 - 6400
F +90 262 679 50 01

www.ume.tubitak.gov.tr
fatma.akcadag@tubitak.gov.tr

41



ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİNDE KULLANILAN METOTLAR VE FARKLI TEKNİK DİSİPLİNLERDE KULLANIM YERLERİ

B. Taylan ÇORUH
Kimya Mühendisi

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİNDE KULLANILAN METOTLAR VE FARKLI TEKNİK DİSİPLİNLERDE KULLANIM YERLERİ

B. Taylan ÇORUH
Kim. Müh

5.4.6 - Ölçme Belirsizliğinin Hesaplanması

5.4.6.1 Bir kalibrasyon lâboratuvarı veya kalibrasyonlarını kendisi yapan bir deney lâboratuvarı, bütün kalibrasyonlardaki ve bütün kalibrasyon tiplerindeki ölçme belirsizliğini hesaplamak için bir prosedüre sahip olmalı ve bu prosedürü uygulamalıdır.

5.4.6.2 - Deney lâboratuvarları, ölçme belirsizliğini tahmin etmek için prosedürlere sahip olmalı ve bu prosedürleri uygulamalıdır. Bazı durumlarda deney metodunun doğası, ölçme belirsizliğinin dikkatli, **metrolojik ve istatistiksel bakımlardan geçerli tahmin**lerini yapmayı olanaksız kılar. Böyle durumlarda lâboratuvar, en azından belirsizliğin bütün bileşenlerini tanımlamaya çalışmalı, mümkün olan **en iyi tahmini** yapmalı ve yazılan raporun belirsizlik hakkında yanlış fikir vermemesini sağlamalıdır. **Mantıklı bir tahmin**, metodun uygulanması hakkındaki bilgiye, ölçmenin kapsamına dayanmalı ve meselâ, **önceki deneyimleri ve verilerin geçerli kılınmasını dikkate almalıdır**.

5.4.6.2 Testing laboratories shall have and shall apply procedures for estimating uncertainty of measurement. In certain cases the nature of the test method may preclude rigorous, metrologically and statistically valid, calculation of uncertainty of measurement. In these cases the laboratory shall at least attempt to identify all the components of uncertainty and make a reasonable estimation, and shall ensure that the form of reporting of the result does not give a wrong impression of the uncertainty. Reasonable estimation shall be based on knowledge of the performance of the method and on the measurement scope and shall make use of, for example, previous experience and validation data.

Reasonable estimation

shall be based on knowledge of the performance of the method and

on the measurement scope and shall

make use of, for example, previous experience and validation data.

NOT 1 - Ölçme belirsizliğinin hesaplanmasında gereken hassasiyet derecesi:deney metodunun şartlarına,müşterinin şartlarına, şartnameye uygunluk ile ilgili kararların dayandırıldığı dar sınırların varlığına bağlıdır.

NOT 2 - İyi bilinen bir deney metodunun, ölçme belirsizliğinin ana kaynaklarına ait sınır değerlerini ve hesaplanan sonuçların ifade edilme şeklini belirlediği durumlarda, lâboratuvar, rapor hazırlama talimatlarını uyguladığında bu maddeyi uygulamış sayılır (Madde 5.10).

5.4.6.3 - Ölçüm belirsizliği hesaplanırken verilen koşullarda, önemi olan bütün belirsizlik bileşenleri, kabul edilmiş olan analiz metotları kullanılarak dikkate alınmalıdır.

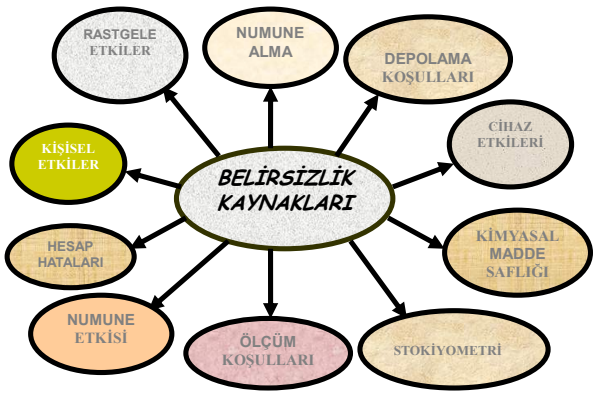
NOT 1 - Belirsizliğe katkıda bulunan kaynaklar, kullanılan referans standardları ve referans malzemeleri, kullanılan metotları ve cihazları, çevre koşullarını, deneyi veya kalibrasyonu yapılan malzemenin durumunu ve operatörü içerir, ancak bunlarla sınırlı değildir.
NOT 2 - Deneyi ve/veya kalibrasyonu yapılmış olan malzemenin öngörülen uzun vadeli davranışı, normalde, ölçüm belirsizliğinin hesaplanmasında göz önüne alınmaz.
NOT 3- Daha fazla bilgi için TS 5822'ye (ISO 5725) ve Ölçüm Belirsizliğinin Gösterilmesi İçin Kılavuz'a (Bibliyografya) bakılmalıdır.

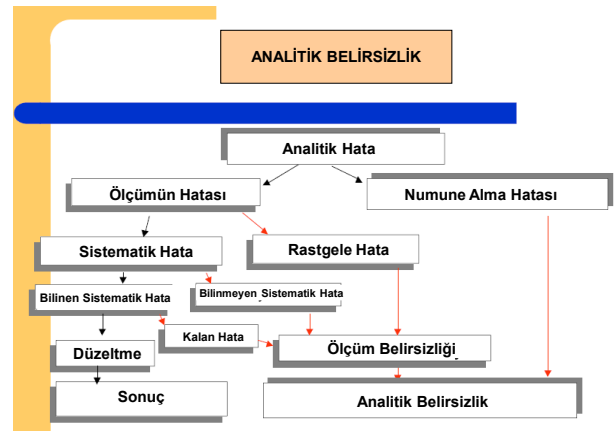
ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ (UNCERTAİNTY)

- Ölçüm sonucu ile beraber yer alan ve ölçülen büyüklüğe makul bir şekilde karşılık gelebilecek değerlerin dağılımını karakterize eden bir parametredir.
- Ölçüm sonucunun kalitesinin bir göstergesidir.

Ölçüm Belirsizliğinde Dikkate Alınması Gerekli Minimum Faktörler

a) Referans standartlar ve kullanılan malzemeler
b) Metotlar
c) Kulanılan Cihazlar
d) Çevre Koşulları
e) Test edilen malzeme özellikleri ve durumu
f) Operatör.
g) Bileşenlerin termal genleşme katsayısı örneğinde olduğu gibi fiziksel karakteristikleri



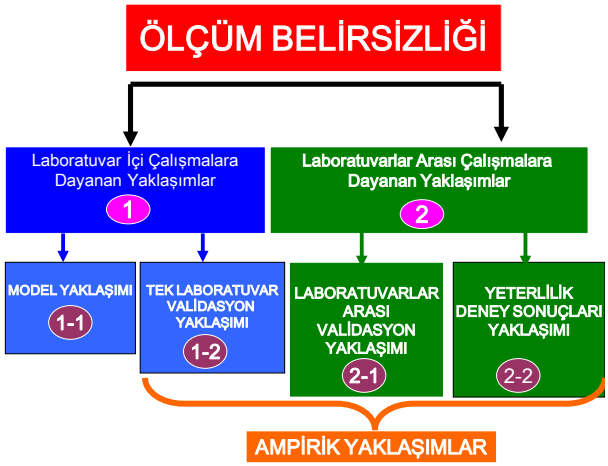


BELİRSİZLİK HESAPLARINA İKİ YAKLAŞIM

1) Bottom-Up (deductive)
Tümdengelim-**GUM**
2) Top-Down(İnductive)
Tümevarım-**ISO** 5725(1-6);
ISO 21748



3.4.2 Because the mathematical model may be incomplete, all relevant quantities should be varied to the fullest practicable extent so that the evaluation of uncertainty can be based as much as possible on observed data. Whenever feasible, the use of empirical models of the measurement founded on long-term quantitative data, and the use of check standards and control charts that can indicate if a measurement is under statistical control, should be part of the effort to obtain reliable evaluations of uncertainty. The mathematical model should always be revised when the observed data, including the result of independent determinations of the same measurand, demonstrate that the model is incomplete. A well-designed experiment can greatly facilitate reliable evaluations of uncertainty and is an important part of the art of measurement.

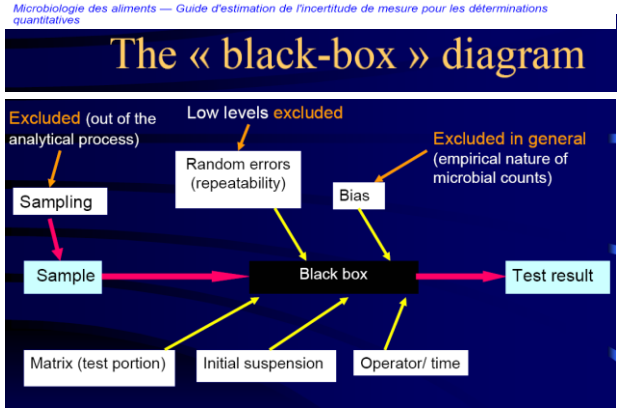


ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ
HORWITZ YAKLAŞIMI

KONSANTARSYON	KÜTLE FRAKSİYONU	RSD_R(%)	U (k=2)
100%	1	2	4
13,80%	0,138	2,7	5,4
10%	0,1	2,8	5,6
1%	0,01	4	8
0,10%	0,001	5,6	11,2
0,01%	0,0001	8	16
1 ppm	0,0000001	16	32
10ppm	0,00001	11	22
100ppm	0,0001	8	16
120ppb	0,00000012	21,8	43,6
100ppb	0,0000001	22	44
10ppb	0,00000001	22	44
1ppb	0,000000001	22	44

Microbiology of food and animal feeding stuffs — Guide on estimation of measurement uncertainty for quantitative determinations

Microbiologie des aliments — Guide d'estimation de l'incertitude de mesure pour les déterminations quantitatives



1-1 MODEL YAKLAŞIMI

1)ISO (1993/1995), *Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)*
2) EURACHEM / CITAC (2000), *Quantifying uncertainty in analytical measurement*, 2nd edition
3) EA 4/16 (2004), *Guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing*
4) EA-4/02 (1999), *Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration*
5)EUROLAB Technical Report No. 1/2006, *Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Test Results*

1-2 TEK LABORATUVAR VALİDASYON YAKLAŞIMI

1) EURACHEM / CITAC (2000), *Quantifying uncertainty in analytical measurement*, 2nd edition
2) EA 4/16 (2004), *Guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing*
3) NORDTEST Technical Report 537 (2003), *Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories*
4) EUROLAB Technical Report No. 1/2006, *Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Test Results*
5) ISO 5725-3 *Accuracy (trueness and precision) ofmeasurement methods and results – Part 3:Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*
6) ISO/TS 21749 *Measurement uncertainty for metrological applications – Repeated measurements and nested experiments*

2-1 LABORATUVARLAR ARASI VALİDASYON YAKLAŞIMI

1) ISO/TS 21748 *Guide to the use of repeatability,reproducibility and trueness estimates in measurementuncertainty estimation*
2) EA 4/16 (2004), *Guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing*
3) NORDTEST Technical Report 537 (2003), *Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories*
4) TS 5822 ISO 5725 *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results (6 KISIM)*

2-2 YETERLİLİK (PT) DENEY SONUÇLARI YAKLAŞIMI

1) EA 4/16 (2004), *Guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing*
2) NORDTEST Technical Report 537 (2003), *Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories*
3) EUROLAB Technical Report No. 1/2006, *Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Test Results*
4) ISO 13528 *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison*

1-2 TEK LABORATUVAR VALİDASYON YAKLAŞIMI

Ölçüm belirsizliği için gerekli veriler metot validasyon veya teyit çalışmalarından bulunur. Biasın tahmini, tekrarlanabilirlik ve laboratuvar içi uyarlık laboratuvar içinde deneysel çalışmalar yapılarak bulunur. Gerekli veriler kontrol kartı gibi kalite kontrol verilerinden de elde edilebilir.

Birinci olarak Çalışmalarda deney sonucunu etkileyen tüm parametreler kapsanmalıdır.

İkinci olarak da Metodun biası (veya gerçeklik) tahmin edilmelidir. Sertifikalı referans malzeme kullanımı ve/veya kesin veya referans metotla karşılaştırma gerçekliğin hesaplanmasında yardımcı olabilir.

1-2 TEK LABORATUVAR VALİDASYON YAKLAŞIMI

ÖLÇÜMÜN DOĞRULUĞU = KESİNLİK+GERÇEKLİK
ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ =LOBORATUVAR İÇİ UYARLIK + BİAS ÜZERİNDEKİ BELİRSİZLİK

$$u = \sqrt{s^2 + b^2}$$

$S \rightarrow$ aboratu var İçi *Tekrarlanabilirlik*)

$S \rightarrow$ aboratu var İçi *Uyarlık*)

$\Delta \rightarrow$ ırlıDeneySonuçlarınınReferans DeğerdenSapması

$$b = \sqrt{\Delta + \ldots + \frac{s^2}{\sqrt{n}}}$$

2-1 LABORATUVARLAR ARASI VALİDASYON YAKLAŞIMI

Ölçüm belirsizliği için gerekli veriler sıklıkla TS 5822 ISO 5725 de belirtilen laboratuvarlar arası karşılaştırma çalışmalarından ve tekrarlanabilirlik "Sr" ve uyarlık "SR" ve bazen de bilinen bir referans değer yardımı ile bias olarak ölçülen metodun gerçekliğinden tahmin edilebilir.

TS 5822 ISO 5725 e uygun kesinlik ve gerçeklik verilerine göre belirsizlik hesabı ISO/TS 21748 de verilmektedir.

2-1 LABORATUVARLAR ARASI VALİDASYON YAKLAŞIMI

Standart test metotlarında gerçeklik ve kesinlik verileri genellikle laboratuvarlar arası karşılaştırma deneyleri (TS 5822 ISO 5727-2) ile belirlenir.

$S_r \rightarrow$ Tekrarlanabilirlik

$S_R \rightarrow$ Uyarlık

$U = S_R$

UYGUN REFERANS MALZEMENİN KULLANILMASI DURUMUNDA LABORATUVARLARARASI VALİDASYON ÇALIŞMALARI BİAS ÇALIŞMASINIDA İÇERİR.UYARLIK DEĞERİ LABORATUVARA AİT SİSTEMATİMK HATALARI (BİASI) ZATEN İÇERDİĞİNDEN BU ÇALIŞMALAR METODUN BİASINA YÖNELİK OLUR

$$R = \bar{R}$$

$$SR = \frac{R}{2.\sqrt{2}}$$

$$U_{Genişletilmiş} = \frac{R}{\sqrt{2}} = \frac{R}{1,414}$$

2-1 LABORATUVARLAR ARASI VALİDASYON YAKLAŞIMI

ISO/TS 21748

$$U = \sqrt{\quad + \Sigma \quad}$$

LABORATUVAR

1) STANDART TEST METOD ÖNGÖRÜLERİNE AYNEN UYMAK;
2) ÖLÇÜM KOŞULLARI LABORATUVARLAR ARASI KARŞILAŞTIRMA TESTİ İLE AYNI OLMAK;
3) STANDART TEST METODUNDA VERİLEN KESİNLİK ve GERÇEKLİK DEĞERLERİNİN LABORATUVAR TARAFINDAN SAĞLANDIĞINI GÖSTERMEK, DİĞER BİR İFADE İLE KULLANILAN TEST METODUNUN İSTATİTİKSEL OLARAK KONTROL ALTINDA OLDUĞUNU KANITLAMAK KAYDI İLE STANDART DA VERİLEN "SR" DEĞERİNİ ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİNDE KULLANABİLİR

2-2 YETERLİLİK (PT) DENEY SONUÇLARI YAKLAŞIMI

"Z" Skoru

$$Z = \frac{(x \quad}{\sigma}$$

$$Bias = \Delta = \quad - \quad)$$

$$U = \sqrt{\quad +}$$

$$S_{RW}$$

European co-operation for Accreditation

Publication Reference	EA-4/16 G:2003

EA guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing

3 POLICY STATEMENT

Extract from ILAC-G17:2002 "Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in Testing in Association with the Application of the Standard ISO/IEC 17025" [15] :

1. The statement of uncertainty of measurement should contain sufficient information for comparative purposes;
2. The GUM and ISO/IEC 17025 form the basic documents but sector specific interpretations may be needed;
3. Only uncertainty of measurement in quantitative testing is considered for the time being. A strategy on handling results from qualitative testing has to be developed by the scientific community;
4. The basic requirement should be either an estimation of the overall uncertainty, or identification of the major components followed by an attempt to estimate their size and the size of the combined uncertainty;
5. The basis for the estimation of uncertainty of measurement is to use existing experimental data should be used (quality control charts, validation, round robin tests, PT, CRM, handbooks etc.);
6. When using a standard test method there are three cases:

- *when using a standardised test method, which contains guidance to the uncertainty evaluation, testing laboratories are not expected to do more than to follow the uncertainty evaluation procedure as given in the standard[2];*
- *if a standard gives a typical uncertainty of measurement for test results, laboratories are allowed to quote this figure if they can demonstrate full compliance with the test method;*
- *if a standard implicitly includes the uncertainty of measurement in the test results there is no further action necessary[2].*

8. In certain cases it can be sufficient to report only the reproducibility;

Nicel Analizlerde Standart Test Metodu Kullanıldığında

1) standartda ölçüm belirsizliğinin nasıl ve hangi metodla hesaplanacağı belirtilmiş ise laboratuvar standart test metoduna tam bir uygunluk göstererek ölçüm belirsizliğini belirtilen şekilde yapar.

2) Eğer standart test metodunda , ölçüm belirsizliğini kesin olarak veriyorsa başka hiçbir şey yapılmaksızın metoda tam bir uygunluk sağlanarak ölçüm belirsizliği verilir.

3) Metotda test sonuçlarının ölçüm belirsizliği ile ilgili ip uçları (örneğin, uyarlılık standart sapması, bias) veriliyor ise laboratuvar test metoduna tam bir uygunluk sağlamak ve deney metodunun kesinlik ve gerçeklik yönüyle kontrol altında olduğunu göstermek koşulu ile bu değerler yardımı ile ölçüm belirsizliği yapılabilir.

EUROPEAN STANDARD **EN ISO 712**
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM
November 2009

ICS 67.060

English Version

Cereals and cereal products - Determination of moisture content - Reference method (ISO 712:2009)

9.6 Uncertainty

Uncertainty, U_θ, is a parameter characterizing the dispersion of values that can reasonably be attributed to the result. This uncertainty is established through the statistical distribution of results given by the interlaboratory test and characterized by the experimental standard deviation

$$U_\theta = \pm 2\, s_R = \pm 0{,}30$$

where s_R is the standard deviation of reproducibility.

EUROPEAN STANDARD **EN ISO 2171**

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM April 2010

ICS 67.060

English Version

Cereals, pulses and by-products - Determination of ash yield by incineration (ISO 2171:2007)

11.5 Uncertainty

Uncertainty is a parameter characterizing the dispersion of values that can reasonably be attributed to the result. This uncertainty is established through the statistical distribution of results given by the interlaboratory test and characterized by the experimental standard deviation.

In this International Standard, the uncertainty, u, is equal to plus or minus twice the reproducibility standard deviation, i.e. $u = \pm 2s_R$.

Annex B
(informative)

Practical application of repeatability and reproducibility limits

Table B.1

Scope	Range of validity	Standard deviation of repeatability	Repeatability limit	Intralaboratory critical difference	Standard deviation of reproducibility	Reproducibility limit	Interlaboratory critical difference
	% by mass	s_r	$r = 2{,}8 s_r$	CD_r	s_R	$R = 2{,}8 s_R$	CD_R
Grain and flour	$0{,}49 < w_{a,d} \leq 1{,}00$	0,009	0,025	0,018	0,023	0,064	0,062
	$1{,}00 < w_{a,d} \leq 2{,}53$	0,012	0,034	0,024	0,027	0,074	0,071

TS EN 13649
Mart 2003

ICS 13.040.40

SABİT KAYNAK EMİSYONLARI - GAZ HALİNDEKİ MÜNFERİT ORGANİK BİLEŞİKLERİN KÜTLE DERİŞİMLERİNİN TAYİNİ - AKTİF KARBON VE ÇÖZÜCÜ DESORPSİYONU METODU

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of individual gaseous organic compounds - Activated carbon and solvent desorption method

Ölçmedeki belirsizlik ve buna bağlı istatistikler

Ölçme işlemi, yüzey kaplamaları imalâtı ile ilgili bir proseste çeşitli çözücüler kullanan bir işletmede denenmiş ve ISO 5725-1'e göre hesaplanan sonuçlar Çizelge A.1 ve A.2'de gösterilmiştir. Özütleme çözücüsü olarak CS_2 kullanılmıştır.

Çizelge A.1 - Gaz halindeki münferit organik bileşiklerin kütle derişimlerinin tayinindeki belirsizlik

Bileşik	Ortalama değer	Ortalama standard sapma S_R	Takım sayısı n	Belirsizlik,% 95 güven seviyesinde U
	mg/m^3	mg/m^3	adet	mg/m^3
Metil isobütil keton	25	2,3	10	5,1
Butil asetat	68	4,6	9	11
Ksilenler	120	3,5	8	7,8

Kaynak: dk-Teknik Energy & Environment, Field Test Report for individual gaseous organic compounds CEN/TC 264/WG 4, 1998

S_R, iki laboratuvarda üçlü numuneler üzerinde 10 dakikalık numune alma süreleriyle yapılan 10 setlik analizlerin ortalama standard sapmasıdır. Ölçme sonuçlarının belirsizliği, U, A.1 eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır, burada t student t değeridir.

$U = t_{n-1} \times S_R$ (A.1)

Çizelge A.2 bir laboratuvarda üçlü numuneler üzerine 10 dakikalık numune alma süreleriyle yapılan 10 takım veri analizinin sonucunu göstermektedir. Özütleme çözücüsü olarak CS_2 kullanılmıştır.

Çizelge A.2 - Gaz halindeki münferit organik bileşiklerin kütle derişimlerinin tayinindeki belirsizlik

Bileşik	Ortalama değer	Ortalama standard sapma s_r	Değer sayısı n	Belirsizlik, % 95 güven seviyesinde U
	mg/m^3	mg/m^3		mg/m^3
Metil isobutil keton	17	2,0	10	4,5
Mutil asetat	66	4,0	10	9,2
Ksilenler	108	5,0	9	11

Kaynak: dk-Teknik Energy & Environment, Field Test Report for individual gaseous organic compounds CEN/TC 264/WG 4, 1998

Ölçme sonuçlarının belirsizliği, U, A.1 eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır. Burada t, student t değeridir.

$U = t_{n-1} \times s_r$ (A.2)

Çizelge A.3'te doğrudan numune alma ve seyreltmeyle numune alma işlemleri kullanılarak elde edilen ortalama sonuçların karşılaştırması verilmektedir.

Çizelge A.3 - Statik ve dinamik seyreltme ile numune alma ile doğrudan numune almanın karşılaştırılması

Bileşik	Seyreltme tipi	Takım sayısı n	Doğrudan numune alma ile ortalama yığın derişimi (a)	Seyreltme ile ortalama derişim (b)	(a-b) farkının standard sapması S	Belirsizlik, % 95 güven seviyesinde U
			mg/m^3	mg/m^3	mg/m^3	mg/m^3
MIBK	statik	5	23	22	2,3	4,0
	dinamik	5	36	34	6,1	13
Butil asetat	statik	5	86	91	8,9	18
	dinamik	4	108	114	13	29
Ksilenler	statik	5	83	86	7,1	13
	dinamik	5	134	139	28,3	57
Toluen	statik	5	10	10	0,8	1,6
	dinamik	6	13	12	3,7	8,5

Kaynak: dk-Teknik Energy & Environment, Field Test Report for individual gaseous organic compounds CEN/TC 264/WG 4, 1998

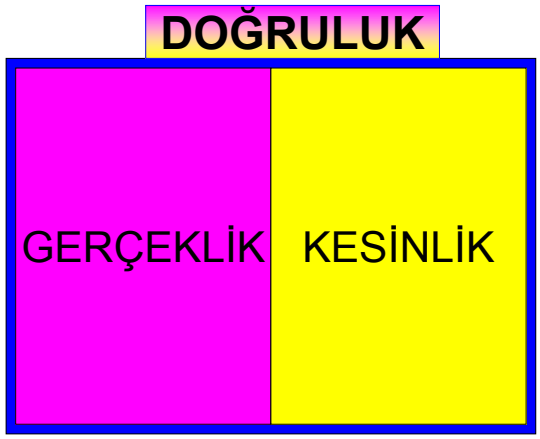
Ölçme sonuçlarının belirsizliği, U, A.2 eşitliği kullanılarak hesaplanmıştır. Burada, t student t değeridir.

TS 13134
Şubat 2005

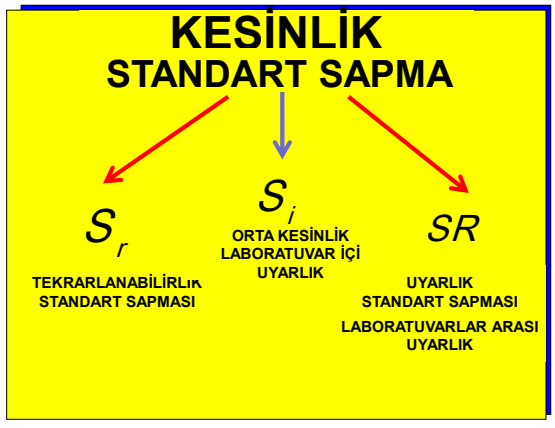
ICS 01.020; 01.120

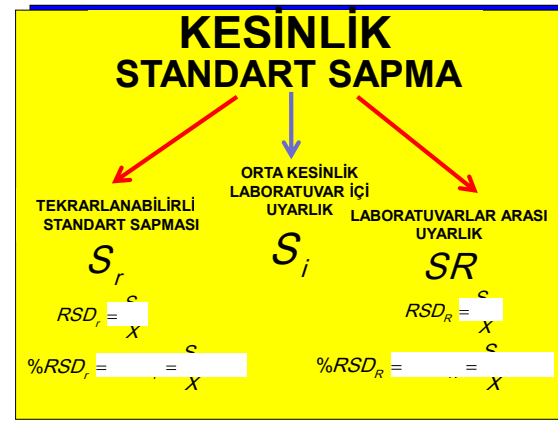
MİKROBİYOLOJİ LABORATUVARLARININ AKREDİTASYONU – TS EN ISO/IEC 17025 "DENEY VE KALİBRASYON LABORATUVARLARININ YETERLİLİĞİ İÇİN GENEL ŞARTLAR" STANDARDININ UYGULANMASI REHBERİ

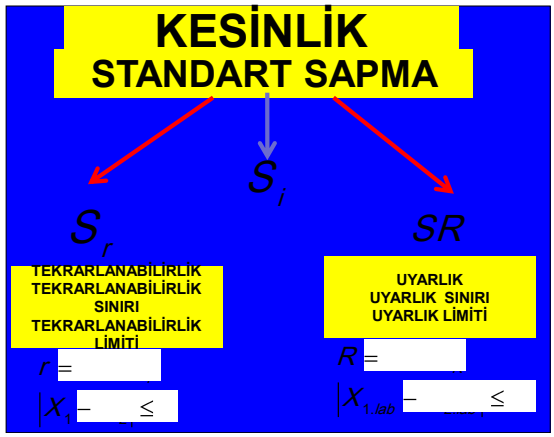
7.2 Mikrobiyolojik deneyler genellikle, ölçme belirsizliğinin, metrolojik olarak ve istatistiksel açıdan geçerli hesaplanmasını engelleyen kategoriye girmektedir. Genel olarak belirsizlik tahmininin sadece tekrarlanabilirlik ve uyarlık verilerine ve ideal olarak da sitematik hatayı (örneğin, yeterlik deneyleri programı veya karşılaştırmalı deney sonuçları) içererek dayandırılması uygun olmaktadır. Belirsizlik hesaplamalarında bireysel bileşenlerinin kontrol altında olduğu ve değerlendirilen sonuçlarının değişkenliğine katkıları tanımlanmalı ve kanıtlanmalıdır. Bazı bileşenler (örneğin, pipetle aktarma, tartma ve seyreltme etkileri) rahatlıkla ölçülebilir ve bunların sonuçların değişkenliğine olan katkılarının ihmal edilebilir düzeyde olduğunu kanıtlamada kolaylıkla kullanılabilir. Diğer bileşenler (örneğin, numunenin kararlılığı ve numunenin hazırlanması) doğrudan ölçülemez ve katkıları istatistiksel yöntemlerle katkıları değerlendirilemez ancak sonuçların değişkenliği açısından bunların önemleri dikkate alınmalıdır.

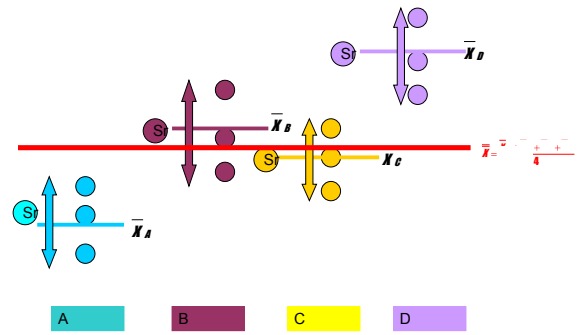


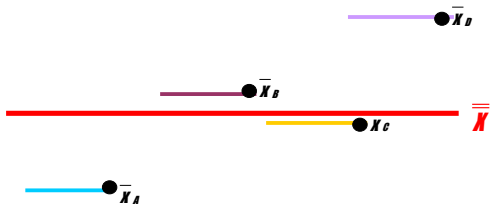




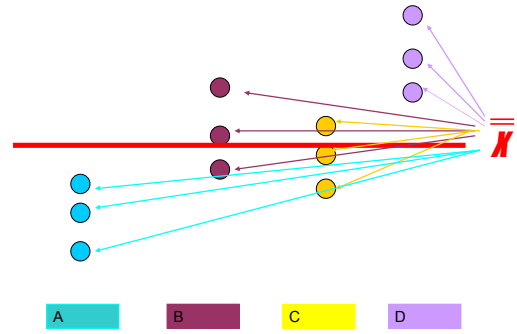








GRUPLAR ARASI (KİŞİLER ARASI) SAPMA
S_L



TOPLAM SAPMA
S_R

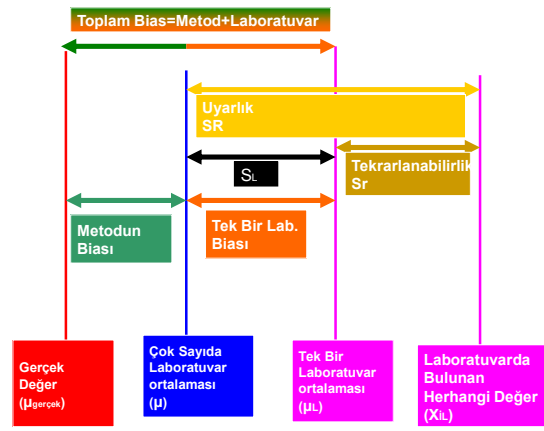
varyanslar

ANOVA

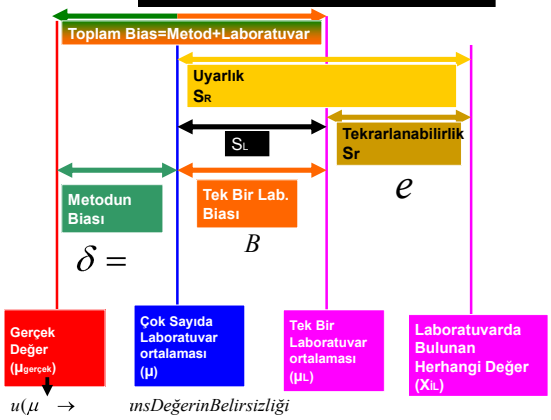
Varyans Kaynağı	SS	df	MS	F	P-değeri	F ölçütü
Gruplar Arasında	101,6995	3	33,89983			
Gruplar İçinde	12,23363	18	0,679646			
Toplam	113,9331	21				

$S^2_{GruplarArası} =$ $+$

$S^2_{Grupİçi} =$

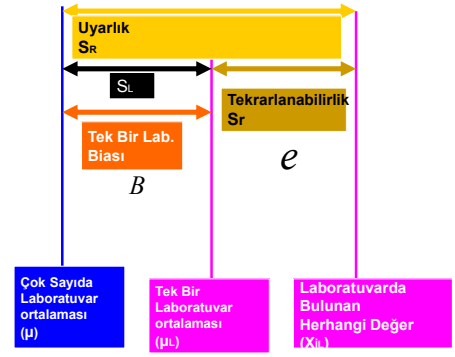


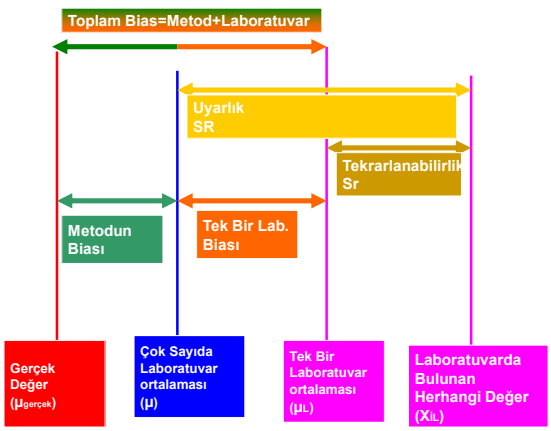
AMPİRİK METOT

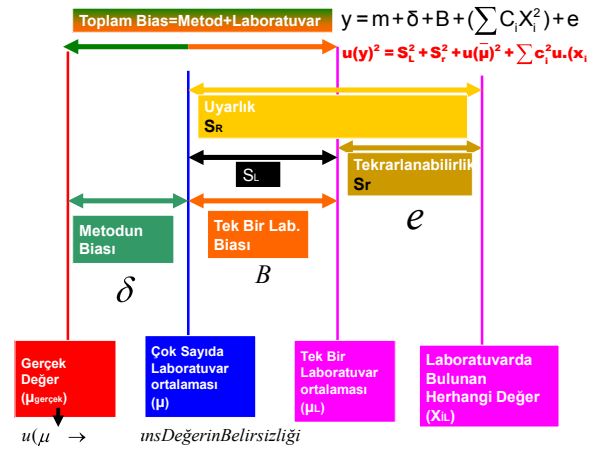


AMPİRİK METOT

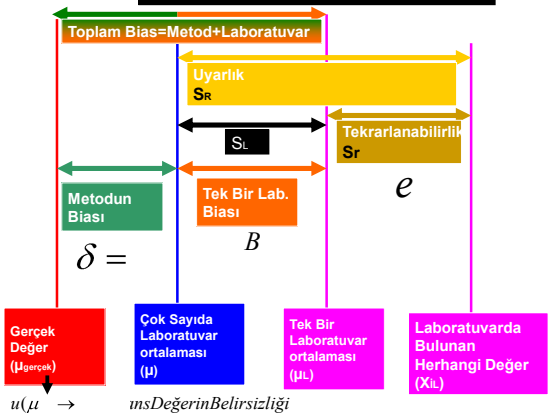
$u(y)^2 = \quad + \quad + \sum \qquad \rightarrow u(y)^2 = \quad + \sum$



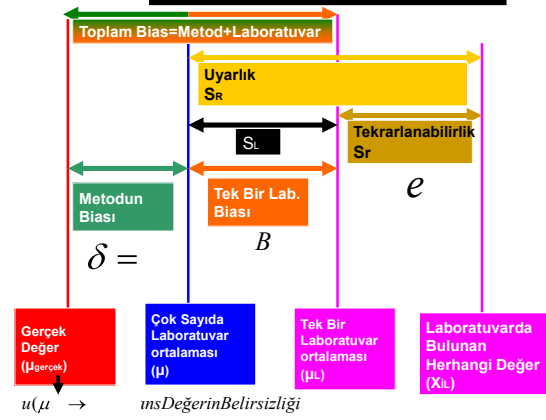




AMPİRİK METOT

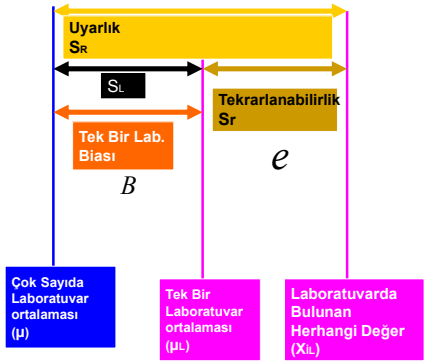


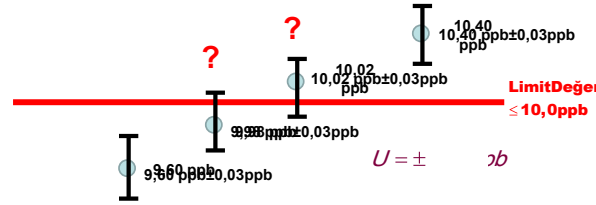
AMPİRİK METOT



AMPİRİK METOT

$u(y)^2 =$ + $+\sum$ → $u(y)^2 =$ $+\sum$



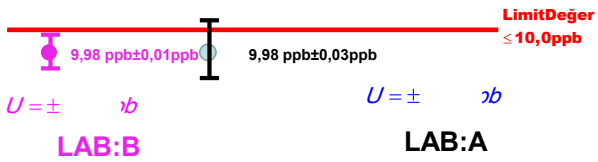


5. COMPLIANCE OF THE LOT OR SUBLOT WITH THE SPECIFICATION

The control laboratory shall analyse the laboratory sample for enforcement at least in two independent analyses, and calculate the mean of the results.

The lot is accepted if the mean does not exceed the respective maximum level as laid down in Regulation (EC) No 466/2001, taking into account the expanded measurement uncertainty and correction for recovery (1).

The lot is rejected if the mean exceeds the respective maximum level beyond reasonable doubt, taking into account the expanded measurement uncertainty and correction for recovery.



LAB:B LAB:A



GENETİK YAPISI DEĞİŞTİRİLMİŞ ORGANİZMA ANALİZLERİNDE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ

Doç. Dr. Remziye YILMAZ

ORTA DOĞU TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
MIDDLE EAST TECHNICAL UNIVERSITY

GENETİK YAPISI DEĞİŞTİRİLMİŞ ORGANİZMA ANALİZLERİNDE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ

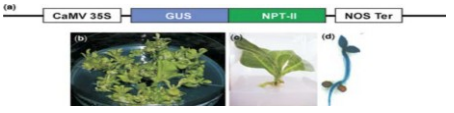
Doç. Dr. Remziye YILMAZ

Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji AR-GE Merkezi, 06800, Ankara, Turkiye

e-mail : remziye@metu.edu.tr

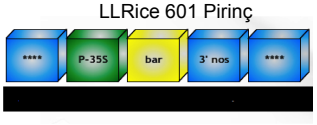
GDO nedir?

- Bir canlı türüne başka bir canlı türünden gen aktarılması veya mevcut genetik yapıya müdahale edilmesi yoluyla yeni genetik özellikler kazandırılmasını sağlayan **modern biyoteknolojik tekniklere gen teknolojisi**; bu teknoloji kullanılarak doğal süreçler ile edinilmesi mümkün olmayan yeni özellikler kazandırılmış organizmaya da "**Genetik Yapısı Değiştirilmiş Organizma (GDO)**" adı verilmektedir.

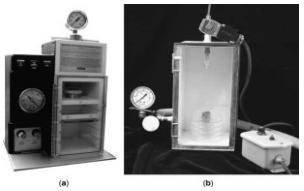


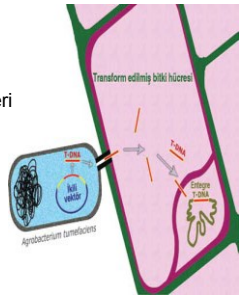
Şekil 1. İki fonksiyonlu gen elde etmek için, seçici ve gözlenebilen markör genin füzyonu. **(a)** Bitkilerde kanamisin seleksiyonu için nptII ve GUS raportör geninin tek modülde birleştirildiği GUS: NPTII füzyon sistemi. **(b)** Kanamisinde seçilen gen aktarımı yapılan tütün sürgünleri; **(c)** kanamisinde köklenen sürgünler; **(d)** İki generasyon boyunca transgenik fidenin X-Gluc GUS substratı ile histokimyasal boyanması sonucunda GUS gen aktivitesinin devam etmesi

LLRice 601 Pirinç



Gen Aktarım Yöntemleri





- 1996 → GDO'lu tarım yapmaya izin veren **6 ülke**
- 2006 → GDO'lu tarım yapmaya izin veren **21 ülke**
- 2005 yılı itibariyle dünyada 8,5 milyon çiftçi, artık GDO'lu tohum ekmekte.
- Dünya üzerindeki toplam
  - soya ekim alanının %60'ında,
  - pamuk ekim alanının %28'inde,
  - kanola ekim alanının %18'inde,
  - mısır ekim alanının %14'ünde transgenik ürünler yetişiyor.
- Dünya genelinde toplam 299 milyon hektar tarım alanının %30'unun transgenik ürünlere ayrıldığı belirtiliyor.
- Türkiye'de **Biyogüvenlik Yasası** ile üretimi yasak..
- İthalat ihracat ve marketlerde yer alması ise Biyogüvenlik Kurulu kararı gerektiriyor.. İzin izleme ve denetim sistemine tabi olmayan GDO tespit edildiğinde cezai işlemler başlatılıyor..
- EC 1830 / 2003 ve 1829/2003 vb. talimatlar bulunuyor..

Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji AR-GE Merkezi
Molecular Biology and Biotechnology R&D Center

GDO nasıl tespit edilir?

- GD ürünlerin moleküler karakterizasyonun içinde değerlendirilebilecek olan ürünün hangi oranda GD içerdiğini saptamak, ilgili gen bölgesini tanımlamak ve miktar tayini gerçekleştirmek bugün izin, izleme ve denetim süreci açısından önemlidir.
- Hızlı, doğru, tekrar edilebilirliği yüksek ve çoklu sonuç verebilen GDO içeriğini **tespit, tanımlama ve miktar tayini** için kullanılan moleküler biyoloji teknikleri temel olarak DNA'ya dayalı analitik teknikler ve proteine dayalı analitik teknikler olmak üzere ikiye ayrılır. DNA, RNA ve protein izolasyon yöntemleri, PCR ve ELISA teknikleri, DNA dizileme teknikleri ve son olarak da mikrodizin tekniğinin izlenebilirlik ve denetim için kullanım olanakları giderek artan ölçüde genişlemektedir.
- Bugün GDO analizleri için; yoğun bir şekilde kullanılan ve ulusal ve uluslar arası düzeyde kabul edilmiş DNA analizlerine dayalı; **eş zamanlı polimeraz zincir tekniği (Real Time PCR, RT-PCR)** nicel sonuçlar elde edilmesini sağlaması nedeniyle esastır.

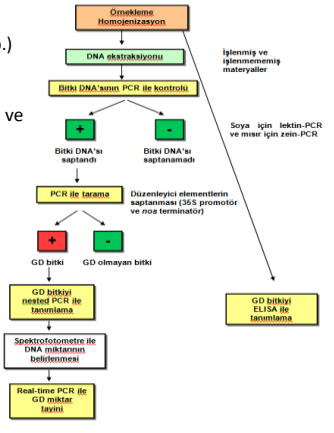
Moleküler Biyoloji ve Biyoteknoloji AR-GE Merkezi
Molecular Biology and Biotechnology R&D Center

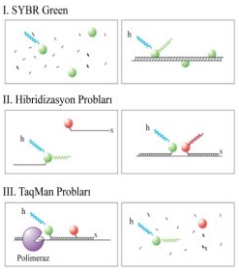
Analiz (hassaslık, spesifiklik, vb.)
- •DNA'ya dayalı yöntemler
- •Proteine dayalı yöntemler
- •Sonuçların karşılaştırılması ve raporlama

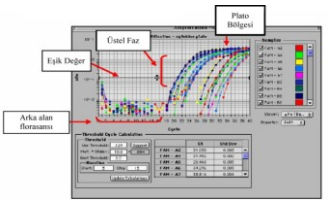
Kalite güvence

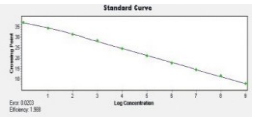
Akreditasyon

Metot geçerliliği









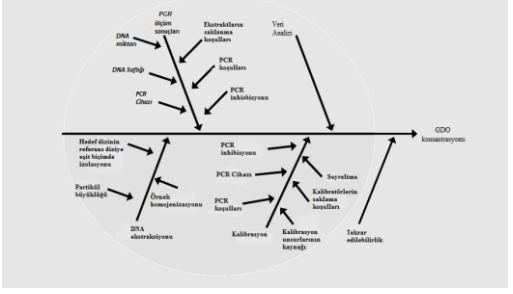
Real-Time PCR

GDO Analizlerinde Ölçüm Belirsizliği

GDO analizleri için ölçüm belirsizliği hesaplanması amacıyla üç temel aşamadan bahsetmek mümkündür:

- Neden- Sonuç (balık kılçığı) Diyagramı yönteminde, belirsizlik tüm olası hata kaynaklarının değerlendirilmesi, en önemli belirsizlik kaynaklarının tanımlanması ve bunların hep birlikte değerlendirmeye alınması söz konusudur.
- Konsantrasyon (c) ve standart belirsizlik (u) arasındaki ilişkinin laboratuvarlar arası ortak deneme verileri ve/veya tek laboratuvar geçerleme (validation) verileri ve/veya iç kalite kontrol verileri aracılığı ile hesaplanması
- Tespit sınır değeri (Limit of Detection, LOD) ve miktar tayin sınır değeri (Limit of Quantification, LOQ) hesaplanması

GDO analizlerinde miktar tayini numune, numunelerin deneye hazırlanması (ön işlemler, homojenizasyon, vb.), DNA izolasyonu ve saflaştırılması, Real Time PCR ile okuma, elde edilen verilerin analizi ve ölçüm sonucunun eldesi aşamalarını içerir.



Tek laboratuvar metot teyit verileri

- RT-PCR tekniği kullanılarak elde edilen tek laboratuvar geçerleme (validation) verileri kantitatif analitik sonuçların değişkenliğinin nasıl hesaplanabileceği açıklanacaktır. Bu amaçla MON 40 3 2 soya (Roundup Ready GD Soya) kantitasyonu için event spesifik real time PCR yöntemine ait ölçüm belirsizliği hesaplamaları

LOD ve LOQ

- Kullanılacak yöntemde tespit sınır değeri (LOD), analiz edilen bileşenin doğru olarak tespit edilebildiği fakat miktar hesabının önemli olmadığı en düşük konsantrasyondur. LOD genellikle metodun %95 güven aralığında tespit edebildiği örneğin miktarı olarak ifade edilebilir.
- Miktar tayin sınır değeri (LOQ), örnekteki bir bileşenin en düşük konsantrasyonu veya miktarının kabul edilebilir bir kesinlik ve doğruluk seviyesi ile miktarsal olarak tayin edilebilen sınır değerdir.

Laboratuvar İçi Tekrarlanabilirlik

Tablo 1. Sertifikalı referans malzeme ölçüm sonuçları
(n=2, d_2 = 1,13→ Bir örnek için alınan bağımsız ölçüm sonucu sayısına göre belirlenir.)

GTS 40-3-2 Soya	1.okuma, c_1	2.okuma, c_2	Ortalama, ci	Fark, di	Rölatif fark, radi	d	rad (%)
Blank 1	0,0888	0,1533	0,1211	0,0645	53,2690	0,066	9,7735
Blank 2	0,0366	0,0399	0,0383	0,0034	8,8291		
10-1	10,1276	9,8808	10,0042	0,2469	2,4675		
10-2	12,9172	12,6724	12,7948	0,2447	1,9130		
100-1	96,4995	87,9207	92,2101	8,5788	9,3035		
100-2	127,6473	98,8683	113,2578	28,7789	25,4101		

Laboratuvar içi tekrar üretilebilirlik standart sapması (S_{RL}) hesaplamasında çalışılan en düşük konsantrasyona sahip sertifikalı referans malzemenin sonuçları kullanılmaktadır.

Cl = iki analitik sonucun ortalaması = $\frac{c1+c2}{2}$

di = iki analitik sonuç arasındaki kesin fark = $|c_1-c_2|$

radi = oransal fark = $\frac{di}{Cl}$ x100

S_{RL} = laboratuvar içi tekrar üretilebilirlik standart sapması

d **= düşük konsantrasyona sahip örneklerin iki paralel okuma arasındaki farklarının ortalaması**

$$S_{RL} = \frac{d}{1,13} = \frac{0,0662}{1,13} = 0,0586$$

Laboratuvar içi rölatif tekrarlanabilirlik standart sapması (RSD_R), S_{RL} sonucu için kullanılan sonuçlar dışında kalan sonuçlardan hesaplanmaktadır.

Rad = ortalama oransal fark

$$RSD_R = \frac{rad}{1,13} = \frac{9,773563}{1,13} = \%\ 8,65$$

Doğruluk (Bias)

- Bias kontrolü için düşük, orta ve yüksek olmak üzere üç farklı sertifikalı referans malzeme kullanılmış ve her bir konsantrasyon için 4 (n=4) tekrar yapılmıştır.

Örnek	GM konsantrasyonu, c (g/kg)	Ortalama GM konsantrasyonu, c_m (g/kg)	Standart sapma, s (g/kg)
GTS 40-3-2 Soya Blank 1-1	0,0888	0,0797	0,055
GTS 40-3-2 Soya Blank 1-2	0,1533		
GTS 40-3-2 Soya Blank 2-1	0,0366		
GTS 40-3-2 Soya Blank 2-2	0,0399		
GTS 40-3-2 Soya 10-11	10,1276	11,3995	1,617
GTS 40-3-2 Soya 10-12	9,8808		
GTS 40-3-2 Soya 10-21	12,9172		
GTS 40-3-2 Soya 10-22	12,6724		
GTS 40-3-2 Soya 100-11	96,4995	102,7340	17,262
GTS 40-3-2 Soya 100-12	87,9207		
GTS 40-3-2 Soya 100-21	127,6473		
GTS 40-3-2 Soya 100-22	98,8683		

Kullanılan düşük, orta ve yüksek konsantrasyondaki sertifikalı referans malzemelerin **sertifika konsantrasyon değeri ve sertifika ölçüm belirsizlikleri (U_{CRM});**

GTS 40-3-2 Soya Blank: < 0,7
GTS 40-3-2 Soya 10: 10 ± 1,0
GTS 40-3-2 Soya 100: 100 ± 7,0

Sertifikalı referans malzemelerin sertifikalarında kapsam faktör k=2 olarak belirtilmiş ve sertifikanın genişletilmiş belirsizliği (U_{CRM}) % 95 güven aralığında u_{CRM}' in k=2'ye bölünür :

$U_{CRM\ (GTS\ 40\text{-}3\text{-}2\ Soya\ 10)}$ = 1,0 / 2 g/kg = 0,5
$u_{CRM\ (GTS\ 40\text{-}3\text{-}2\ Soya\ 100)}$ =7,0 / 2 g/kg = 3,5

Her konsantrasyon için ölçüm sonuçlarının ortalaması sertifika değeri ile karşılaştırıldığı için her konsantrasyona ait standart sapma analiz sayısının karekköküne bölünerek ölçüme ait ölçüm belirsizliği (u_m) hesaplanmaktadır. Bu nedenle GTS 40-3-2 Soya 10 referans malzemeye ait u_m 0,08087, GTS 40-3-2 Soya 100'e ait u_m 0,863095 'dir.

$U_{m\ (GTS\ 40\text{-}3\text{-}2\ Soya\ 10)}$ = 1,617/ √ 4 = 0,8085
$u_{m\ (GTS\ 40\text{-}3\text{-}2\ Soya\ 100)}$ = 17,262/ √ 4 = 8,631

Δ_m = ortalama ölçülen değer ve sertifika değeri arasındaki kesin fark,
c_m = ortalama ölçülen değer, c_{CRM} = sertifika değeri

$\Delta_{m\ (GTS\ 40\text{-}3\text{-}2\ Soya\ 10)} = |c_m - c_{CRM}| = |11,3995 - 10,0| = 1,3995$ g/kg
$\Delta_{m\ (GTS\ 40\text{-}3\text{-}2\ Soya\ 100)} = |c_m - c_{CRM}| = |102,7340 - 100,0| = 2,7340$ g/kg

Δ_m'in belirsizliği U_Δ sertifika değerinin ölçüm belirsizliği ve ölçüm sonuçlarının ölçüm belirsizliğinden hesaplanır.

$$U_\Delta = \sqrt{um^2 + ucrm^2}$$

U_Δ = sonuç ve sertifika değerlerinin birleştirilmiş ölçüm belirsizliği
U_m = ölçüm sonucunun ölçüm belirsizliği
U_{CRM} = sertifika değerinin ölçüm belirsizliği

U_Δ(GTS 40-3-2 Soya 10) = √(【0,8085】^2+ 【0,5】^2)= 0,950617
U_Δ(GTS 40-3-2 Soya 100) = √(【8,631】^2+ 【3,5】^2)= 9,313655

Genişletilmiş ölçüm belirsizliği U_Δ % 95 güven aralığında U_Δ' in kapsam faktör k=2 ile çarpımına eşittir.

UΔ (GTS 40-3-2 Soya 10) = 0,950617 * 2 = 1,901234
UΔ (GTS 40-3-2 Soya 100) = 9,313655 * 2 = 18,62731

Bulunan genişletilmiş ölçüm belirsizliği (U_Δ), ortalama ölçülen değer ve sertifika değeri arasındaki kesin farktan (Δ_m) büyük ise sertifika değeri ile ölçüm sonucu arasında önemli bir fark yoktur ve sonuç olarak metoda ait bias aşağıdaki gibi gösterilir :

$$\Delta_m \leq U_\Delta \rightarrow bias$$

$\Delta_{m\ (GTS\ 40\text{-}3\text{-}2\ Soya\ 10)} = 1,3995 \leq U_{\Delta\ (GTS\ 40\text{-}3\text{-}2\ Soya\ 10)} = 1,9012$
$\Delta_{m\ (GTS\ 40\text{-}3\text{-}2\ Soya\ 100)} = 2,7340 \leq U_{\Delta\ (GTS\ 40\text{-}3\text{-}2\ Soya\ 100)} = 18,6273$

- **Belirsizlik bileşenlerinin bias ile tahmini için bias, ile hesaplanan standart belirsizlik (U_{bias});**

$$U_{bias} = \sqrt{\frac{RSDR^2}{n} + \left(\frac{UCRM*100}{CCRM}\right)^2}$$

$$U_{bias} = \sqrt{\frac{8,65^2}{2} + \left(\frac{3,5*100}{100}\right)^2} = \%\ 7,047074$$

Rölatif bias ($bias_r$);

$$bias_r = \frac{c}{CCRM}$$

Mutlak bias ($bias_a$);

$$bias_a = c - c_{CRM}$$

$$u_{bias} = \sqrt{\frac{SRL^2 + (c + RSDRL)^2}{n} + uCRM^2}$$

Mutlak standart belirsizlik (u_o);

$$u_o = \sqrt{SRL^2 + ubiasa^2}$$

Rölatif standart belirsizlik (RSU);

$$RSU = \sqrt{RSDR^2 + Ubias^2}$$

$$RSU = \sqrt{8{,}65^2 + 7{,}047074^2} = \%\ 11{,}15723$$

Tespit Limiti (LOD)

0,15<RSU<0,50 durumunda;

$$LOD = \frac{Uo * (2 + 2\sqrt{1 + RSU^2})}{1 - (4 x RSU^2)}$$

LOD % 0.003

Miktar Tayin Limiti (LOQ)

RSU≤ 0,30 durumunda LOQ;

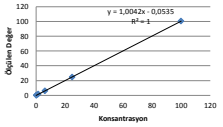
$$LOQ = \sqrt{\frac{Uo^2}{RSUmax^2 - RSU^2}}$$

LOQ % 0.0016

Doğrusallık (Linearity)

Doğrusallık analizi için 6 farklı konsantrasyonda hazırlanmış kalibratör DNA örneği ikişer tekrarda okunmuş sonuçlar Tabloda belirtildiği gibidir.

% Konsantrasyon	1.okuma	2.okuma	Ortalama	Standart sapma
100 (seyreltilmemiş)	101,1134	99,8346	100,4741	0,6393
25 (1:4 seyreltilmiş)	24,3071	24,9338	24,6204	0,3133
6,25 (1:16 seyreltilmiş)	6,1877	6,1877	6,2877	0,1000
1,56 (1:64 seyreltilmiş)	1,5751	1,5453	1,5602	0,0148
0,39 (1:256 seyreltilmiş)	0,4761	0,4791	0,4776	0,0015
0,098 (1:1024 seyreltilmiş)	0,0945	0,1514	0,1230	0,0284



Raporlama

- **Sonuçlar ölçüm belirsizliği ile birlikte verilir.**
- **"% 95 güven aralığı için kapsam faktörü $k = 2$ olarak alınarak bulunmuştur" şeklinde ifade edilir.**



Prepared by:
Task Force Group of Members of the European network of GMO laboratories

http://www.irmm.jrc.be/reference_materials_catalogue/user_support/Documents/eur22756en.pdf

13

Sonuç

- Açıklanan ölçüm belirsizliği hesaplamaları ile birlikte verilen ölçüm sonuçları GD analizleri için kritik bir noktada bulunan ülkemiz laboratuvarlarının güvenilirliği açısından oldukça önemlidir.
- Özellikle ilgili otorite, GDO analizlerinde ölçüm belirsizliği için yeni kaynak yaratma, ortak çalışmalar ve bünyesinde bulunan tüm laboratuvarlar için eğitimler/çalıştaylar düzenleme konusunda öncü olması gereken bir noktadadır.
- Laboratuvarlar arası deneme testlerinin düzenlenmesi ise ülkemiz için "**olmazsa olmaz**" durumdadır.

Yayınlar



Guest Editorial

The biosafety policy on genetically modified organisms in Turkey

TEŞEKKÜRLER



KİMYASAL ÖLÇÜMLERDE BELİRSİZLİK HESAPLANMASI

Doç. Dr. Nilgün TOKMAN

KİMYASAL ÖLÇÜMLERDE BELİRSİZLİK HESAPLANMASI



Doç. Dr. NİLGÜN TOKMAN
Uzman Araştırmacı

İstanbul, 16-18 Mayıs 2013

1

İçerik

- Tarihsel Gelişim
- Kimyasal Ölçümlerde Önemli Noktalar
- Ölçüm Belirsizliği Hesaplamaları
- Ölçüm Belirsizliğinin Nedenleri
- Ölçüm Belirsizliği İfade Tipleri
- İstatistiksel Dağılımlar
- Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Tipleri
- Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Yaklaşımları
- Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Adımları
- Ölçüm Belirsizliğinin Raporlanması



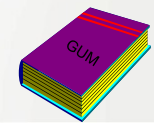
Kimyasal Metrolojinin Tarihsel Gelişimi

- Standart Deney Prosedürü
- Uluslararası Geliştirilmiş Standart Metotlar (ASTM, ISO EPA, AOAC)
- Cihazların Kalibrasyonu
- Cihazların Performans Testleri (Qualification, Validation)
- Metot Geçerli Kılma
- Laboratuvar Akreditasyonu (EN45001, ISO 25, ISO 17025)
- Yeterlilik Testleri
- Kimyasal Metroloji

Ölçüm Belirsizliğinin Tarihsel Gelişimi

- 1960 öncesi: Hata ve hata analizi
- 1970: Belirsizlik tanımı
- 1977: Ölçüm belirsizliği tanımında uluslararası uzlaşma yok
  CIPM BIPM'den problemlerin tanımlanmasını istedi, Anket, 32 NMIs
- 1979: ISO TAG4/WG3 çalışma grubu, 21 NMI geri bildirim
- 1980: Deneysel belirsizliğin ifade edilmesi için öneriler
- 1981: ISO TAG4/WC3'ün belirsizlik hesapları ile ilgili önerileri
- 1986-1991: BIPM onayı, Revizyon
- 1993: Ölçüm belirsizliği rehberi (ISO)
  http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf
- 1995: Analitik ölçümlerde belirsizliğin ölçülmesi (EURACHEM/CITAC).
  http://www.eurachem.org/guides/pdf/QUAM2000-1.pdf
- 2000: Analitik ölçümlerde belirsizliğin ölçülmesi (EURACHEM/CITAC).
- 2012: Analitik ölçümlerde belirsizliğin ölçülmesi (EURACHEM/CITAC).

"Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" (GUM)



Co-operation on International Traceability in Analytical Chemistry (CITAC)

Kimyasal Ölçümün Amaçları

Kimyasal ölçümün temel amacı ölçüm sonucuna dayanarak karar oluşturmaktır.

Bu karar:



- Bir ürünün belli standartlara uygunluğu
- Bir ürünün belli kalite kriterlerine uygunluğu
- Bir üretim işleminin kontrolü
- Yasal kararlar / mevzuatlar için kriter oluşturma
- Araştırma & geliştirme
- Ürünlerin ticari olarak değerlendirilmesi, sınıflandırılması
- Hastalıkların teşhis ve uygulanacak tedavilerde
- Adli tıpta
- …





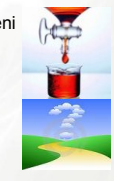






Kimyasal Ölçümlerde Kalite

- **Metodun geçerli kılınması**: Ölçmem gerekeni ölçebiliyor muyum?
- **Ölçüm belirsizliği**: Ölçtüğüm sonucu ne kadar iyi biliyorum?
- **Metrolojik İzlenebilirlik:** Sonucumu başka sonuçlarla karşılaştırabilir miyim?
- **Kalite kontrolü:** Ölçüm sonuçlarının (belirsizliği içeren) geçerli kılma yapıldığı zamandaki ile aynı kalitede olduğunu garantiler.







Kimyasal Ölçüm Sonuçları

Sonuçların güvenilir olması için:

- Gerçek değere yakın ve tekrarlanabilir olmalı
- Belirsizlik değeri ile birlikte verilmeli
- Ulusal ve uluslararası boyutta karşılaştırılabilir olmalı (izlenebilirlik)



Belirsizlik Hesaplamaları



Ölçüm Belirsizliği (Uncertainty)

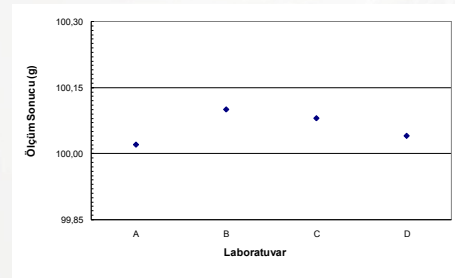
Elde edilen bilgiye dayanılarak ölçülene atfedilen büyüklük değerlerinin dağılımını niteleyen, negatif olmayan sayısal parametre

(1,18 0,03) mg/g (k=2)

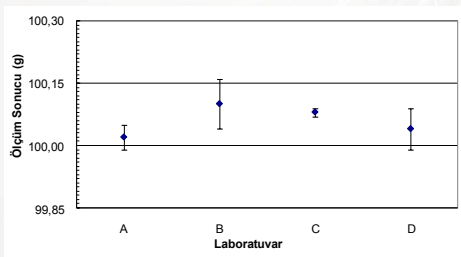
Burada “k” kapsam faktörüdür



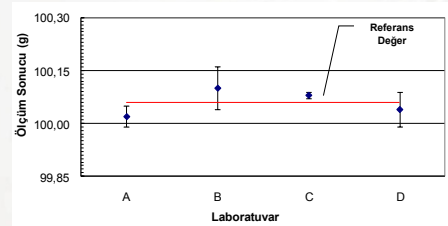
Ölçüm Sonuçlarının Karşılaştırılması



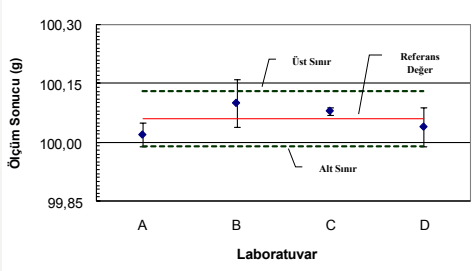
Ölçüm Sonuçlarının Karşılaştırılması



Ölçüm Sonuçlarının Karşılaştırılması



Ölçüm Sonuçlarının Karşılaştırılması



Ölçüm Hatası

Ölçülen büyüklük değeri ile referans büyüklük değeri arasındaki fark

Ölçüm Hatası

- Sistematik Ölçüm Hatası
- Rasgele Ölçüm Hatası

İfade Şekilleri

- Mutlak Hata [birim]
- Bağıl Hata [%, ppm, ...]

Ölçüm Hatası ve Ölçüm Belirsizliği

Ölçüm Hatası : Deneysel sonuç ile gerçek değer arasındaki fark

Ölçüm Belirsizliği : Sonuçların güvenilirliğinin ölçüsü



Ne Zaman Belirsizlik Bütçesi Oluşturulur?

- Laboratuarda yeni bir prosedür kullanılmaya başlandığında,
- Prosedürdeki kritik faktörlerde değişimler olduğunda (cihaz, operatör, örnek türü...),
- Metodun geçerli kılınması ile birlikte/süresince

Belirsizlik Bütçesi

Ölçüm belirsizliğini, bileşenlerini, bunların hesaplanmasını ve kombinasyonlarını içeren beyan

Belirsizlik İfade Tipleri

- Standart ölçüm belirsizliği
- Bileşik standart ölçüm belirsizliği
- Genişletilmiş ölçüm belirsizliği

Standart Ölçüm Belirsizliği

Standart sapma olarak ifade edilen ölçüm belirsizliği

Ölçüm sonuçlarının dağılımını gösterir!



Bileşik Standart Ölçüm Belirsizliği

Bir ölçüm modelinin girdi büyüklükleriyle ilişkili bütün standart ölçüm belirsizliklerinin kullanımıyla elde edilen standart ölçüm belirsizliği



Genişletilmiş Ölçüm Belirsizliği

Bileşik standart ölçüm belirsizliğinin birden büyük bir faktör ile çarpımı

- Birden büyük bir faktör ile ifade edilen kapsam faktörü, "k" olup,

  k = 2 için %95,5 'lik

  k = 3 için %99,7 'lik

  aralığa karşılık gelir.



Kapsam Faktörü

Genişletilmiş ölçüm belirsizliğinin elde edilmesi için bileşik standart ölçüm belirsizliği ile çarpılan birden büyük bir sayı



Bağıl Standart Ölçüm Belirsizliği

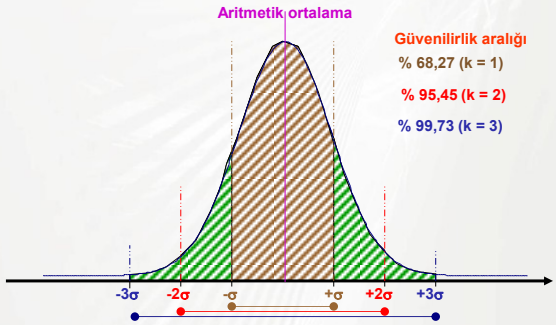
Standart ölçüm belirsizliğinin ölçülen büyüklük değerinin mutlak değerine oranı

İstatiksel Dağılım Tipleri

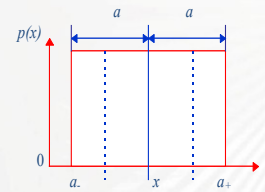
- Normal dağılım
- Dikdörtgen dağılım
- Üçgen dağılım

Normal Dağılım

Ölçüm sonucu a % 95 veya 2σ olarak verilmişse standart belirsizlik a/1,96 olarak hesaplanır.



Dikdörtgen Dağılım



Sertifika veya ürün spesifikasyonu güvenilirlik yüzdesi olmadan verilmişse

(örneğin: (25 0,05) mL) ve

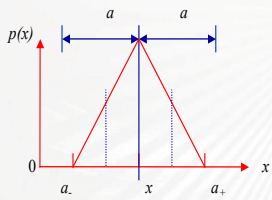
Standart belirsizlik:

u(x) = a/√3 olarak hesaplanır.

$$u(x) = \frac{a_+ - a_-}{2\sqrt{3}}, \qquad u(x) = \frac{a}{\sqrt{3}}$$

Bu dağılım, bir büyüklüğün sadece değişim gösterebileceği aralık bilindiği takdirde kullanılır!

Üçgen Dağılım



Veri dikdörtgen dağılımda olduğu gibi limitli değildir.

Standart belirsizlik

u(x) = a/√6 olarak hesaplanır.

$$u(x) = \frac{a_+ - a_-}{2\sqrt{6}}, \qquad u(x) = \frac{a}{\sqrt{6}}$$

Bu dağılım, bir büyüklüğün değişim gösterebilecek aralık ve değerlerin merkezde bulunma olasılığının daha yüksek olduğu bilindiği takdirde kullanılır!

Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Yöntemleri

Belirsizlik tipleri

- A tipi ölçüm belirsizliği hesabı
- B tipi ölçüm belirsizliği hesabı

A Tipi Ölçüm Belirsizliği Hesabı

Belirli ölçüm koşulları altında elde edilen ölçülen büyüklük değerlerinin istatistiksel analizi ile ölçüm belirsizliği bileşeninin hesaplanması

- Normal dağılım (Gaussian)

B Tipi Ölçüm Belirsizliği Hesabı

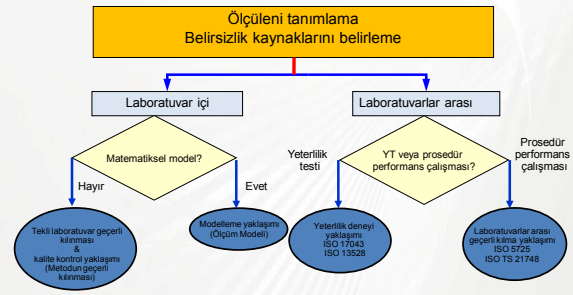
A-tipi ölçüm belirsizliği hesabı dışında kalan yöntemler ile ölçüm belirsizliği bileşenlerinin hesaplanması

- Normal dağılım
- Dikdörtgen dağılımı
- Üçgen dağılım

B Tipi Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Yönteminde Kullanılan Bilgiler

- Daha önce yapılan ölçümlerde elde edilen veriler
- Daha önce yapılan metodun geçerli kılınması çalışmaları sonuçları
- İlgili malzemeler ve kullanılan cihazlar konusundaki deneyim ve daha önce edinmiş bilgiler
- Üretici firmanın kalibrasyon sonuçları
- Sertifikalı maddelerin sertifikalarda bulunan verileri
- El kitaplarından alınan referans verilere ilişkin belirsizlikler

Ölçüm Belirsizliği Hesaplamasındaki Farklı Yaklaşımlar



Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Adımları

Adım 1. Ölçülen büyüklüğün tanımlanması

Adım 2. Belirsizlik bileşenlerinin belirlenmesi

Adım 3. Belirsizlik bileşen değerlerinin hesaplanması

Adım 4. Bileşik standart ölçüm belirsizliğinin hesaplanması

Adım 5. Genişletilmiş ölçüm belirsizliğinin hesaplanması

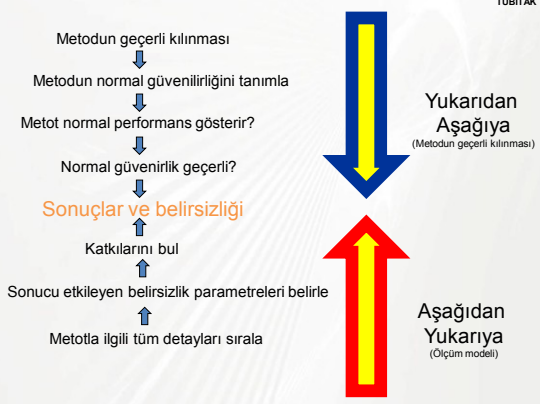
Adım 6. Ölçülen büyüklüğün hesaplanması

Adım 7. Ölçülen büyüklüğün genişletilmiş ölçüm belirsizliği ile birlikte raporlanması

Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Yaklaşımları

- Aşağıdan yukarıya (Ölçüm modeli)
- Yukarıdan aşağıya (Metodun geçerli kılınması verileri)

Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Yaklaşımları



Aşağıdan Yukarıya

- Ölçülen büyüklüğü tanımlama
- Ölçüm modelini yazma
- Analiz sonucuna etki eden deneysel işlemleri inceleme (örnek hazırlama, ekstraksiyon (özütleme), seyreltme, kalibrasyon, hesaplama).
- Aynı sonuca etki eden parametreleri tek grup altında toplama
- Parametrelere ait standart ölçüm belirsizliği değerlerini hesaplama
- Bileşik standart ölçüm belirsizliği değerini hesaplama
- Genişletilmiş ölçüm belirsizliği değerini hesaplama
- Ölçülen büyüklük değerini hesaplama
- Ölçülen büyüklük ile genişletilmiş ölçüm belirsizliğini birlikte raporlama

Ölçülen Büyüklüğün Tanımlanması

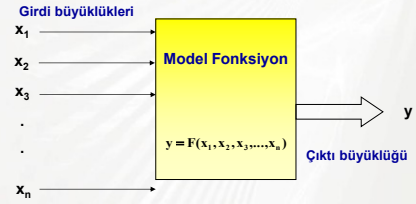
- Ölçülen büyüklük metotta açık olarak tanımlanmalıdır.
- Bazı ölçümlerde ölçüm sonucu uygulanan deneysel metoda bağlı olabilir. Bu durumda ölçümler metot bağımlı ölçüm olarak sınıflandırılır ve bu belirtilir.

Örnek:

- Toprakta toplam nikel tayini
- Yağlı tohumda özütlenebilen (ekstrakte edilebilen) yağ tayini.

Model Fonksiyon

Değeri, bir ölçüm modelinin girdi büyüklüklerinin bilinen büyüklük değerleri kullanılarak hesaplandığında, ölçüm modelinin çıktı büyüklüğünün ölçülen büyüklük değeri olan büyüklüklerin fonksiyonu



Ölçüm Modeli

Bir ölçüm içerisinde yer aldığı bilinen bütün büyüklükler arasındaki matematiksel ilişki

$$C_{NaOH} = \frac{1000.m_{KHP}.P_{KHP}}{M_{KHP}.V_T}$$

Kimyasal Ölçümde Belirsizlik Kaynakları



http://www.measurementuncertainty.org/guide/app_c.html

Örnek Alma

- Homojenlik,
- Örnek miktarı,
- Sıcaklık ve basınç etkisi



Örnek Hazırlama

- Kurutma
- Öğütme
- Eleme
- Çözündürme
- Çözme
- Türlendirme
- Seyreltme

Referans Malzemeden Kaynaklanan Belirsizlikler

- Saf referans malzemelerin saflığından
- Sertifikalı referans malzemelerin sertifika değerinden
- Referans malzemeden kalibrasyon standardı hazırlama işleminden



Tartım Belirsizliği

- Terazi kalibrasyon belirsizliği: Terazi kalibrasyon sertifikasından elde edilir.
- Tekrarlanabilirlik belirsizliği: Tartım işlemi tekrarlanabilirliğinden kaynaklanan belirsizliktir.

Hacim Ölçümü Belirsizliği

- Kalibrasyon belirsizliği: Üretici spesifikasyonundan veya kalibrasyon sertifikasından alınan değer standart ölçüm belirsizliğine çevrilerek bulunur.
- Tekrarlanabilirlik: Ölçüm tekrarı yapılarak bulunan değerlerden standart sapma olarak hesaplanır. Ölçüm sayısının karekköküne bölünür.
- Sıcaklık: Kalibrasyon sıcaklığı ile ölçüm sıcaklığının farklı olmasından kaynaklanan belirsizlik.

  Örnek: Suyun hacimsel genleşme katsayısı: $2{,}1\times10^{-4}$ $^{o}C^{-1}$, sıcaklık değişimi: 3°C, 100 mL'lik balon joje için sıcaklık değişiminden kaynaklanan standart belirsizlik:

  $100 \times 3 \times 2{,}1\times10^{-4} / \sqrt{3} = 0{,}063 / \sqrt{3} = 0{,}036$ mL

  ! Sudan başka bir çözücü kullanılıyorsa onun genleşme katsayısı kullanılır…

Kalibrasyon Eğrisi Belirsizliği

$$u(C_o) = \frac{S}{B_1}\sqrt{\frac{1}{p}+\frac{1}{n}+\frac{(C_o - C_{ortalama})^2}{S_{xx}}} \qquad S_{xx} = \sum_{i=1}^{n}(C_i - C_{ortalama})^2$$

- S : Residual standart sapma (kalibrasyon eğrisinden S).

Curve exe programı veya Excel'den bu değer hesaplanabilir.

- B_1 : Eğim
- p : Laboratuvarda analiz edilecek örnek için paralel çalışma sayısı
- n : Kalibrasyon standartları için yapılan toplam ölçüm sayısı
- C_i : Kalibrasyon eğrisi ve kalibrasyon standartlarına karşılık cihazın verdiği değer kullanılarak kalibrasyon standartları için elde edilen derişim
- C_o : Laboratuvarda analiz edilecek örnek için kalibrasyon eğrisi kullanılarak elde edilen analit derişimi
- $C_{ortalama}$: Kalibrasyon standartlarının derişimlerinin ortalaması

Aşağıdan Yukarıya

Bileşik standart ölçüm belirsizliği

- Ölçüm modeli toplam veya çıkarma işlemleri içeriyorsa

  y = k(p+q+r+..)

$$u_c(y(p,q,)) = \sqrt{\sum \mathrm{u(p)}^2 + \mathrm{u(q)}^2 + ..}$$

- Ölçüm modeli değerlerin çarpma ve bölme işlemleri içeriyorsa

  y = p/(q × r)

$$u_c(y(p,q,)) = y\sqrt{\sum (\frac{\mathrm{u_p}}{\mathrm{p}})^2 + (\frac{\mathrm{u_q}}{\mathrm{q}})^2 + ..}$$

$$U = k.u_Y$$

Örnek

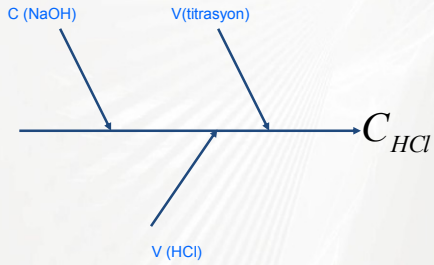
- HCl çözeltisinin konsantrasyonunun belirlenmesi:

  10 örneğin standardize edilmiş 0,1 M NaOH çözeltisi ile titrasyonu

$$C_{HCl} = \frac{V_{titrasyon}}{V_{HCl}}.C_{NaOH}$$

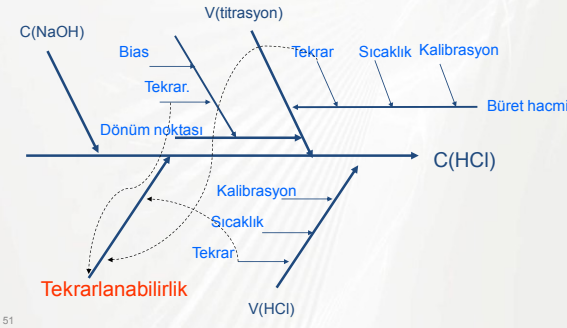
Belirsizlik Kaynaklarının Belirlenmesi

(Neden-Etki diyagramı)



50

Neden-Etki Diyagramı



51

Aşağıdan Yukarıya Yaklaşımının Avantaj ve Dezavantajları

- Metot geliştirme aşamasında yardımcı olur
- Belirsizlik bütçesine etki eden parametreler kolayca görülür
- Tecrübe gerektirir
- Ölçüleni tanımlama zorluğu vardır
- Ölçüm modelini yazma zorluğu vardır
- Çoğu zaman matriksten analiti ayırmak zor olduğundan ve örnekteki diğer bileşenlerden kaynaklanan girişimlerden dolayı belirsizlik katkıları kolayca hesaplanamaz
- Örneğin homojenliğinden kaynaklanan sorunlar gözlenemez

Önemli belirsizlik kaynakları doğru hesaplanamaz ise buradaki kayıplar belirsizliğin küçülmesine neden olur!!!

52

Yukarıdan Aşağıya

- Ölçülen büyüklüğü tanımlama
- Ön deneylerin yapılması
- Metodun geçerli kılınması için planın hazırlanması
- Plana göre bütün deneylerin gerçekleştirilmesi
- Her bir belirsizlik bileşeninin ölçüm belirsizliğinin hesaplanması
- Bileşik standart ölçüm belirsizliği değerini hesaplama
- Genişletilmiş ölçüm belirsizliği değerini hesaplama
- Ölçülen büyüklük değerini hesaplama
- Ölçülen büyüklük ile genişletilmiş ölçüm belirsizliğini birlikte raporlama

53

Yukarıdan Aşağıya (Örnek)

- Doğrusal aralık $u(C_o) = \frac{S}{B_1}\sqrt{\frac{1}{p}+\frac{1}{n}+\frac{(C_o - C_{ortalama})^2}{S_{xx}}}$
- Tekrarlanabilirlik $u_{tkr} = \sqrt{MS_{grupiçi}}$
- Ara kesinlik (tekrarlanabilirlik) $u_{aratkr} = \sqrt{\frac{MS_{gruplararası} - MS_{grupiçi}}{n_{tkr}}}$
- Gerçeklik $u_{gerçeklik} = \sqrt{u_m^2 + u_{CRM}^2}$

İki bileşen vardır:

- Ölçümden kaynaklanan: $u_m = \frac{SD}{\sqrt{n}}$
- Sertifika değerinden gelen: $u_{CRM} = \frac{U_{sertifikasyon}}{2}$

54

Yukarıdan Aşağıya (Örnek)

$$U = k\sqrt{\frac{u_{tkr}^2}{n_{tkr}} + \frac{u_{aratkr}^2}{n_{gün}} + u_{Co}^2 + u_{gerçeklik}^2}$$

U	= Genişletilmiş ölçüm belirsizliği
k	= Güvenirlik seviyesine bağlı kapsam faktörü
u_{tkr}	= Tekrarlanabilirlikten kaynaklanan ölçüm belirsizliği
n_{tkr}	= Tekrar sayısı
u_{aratkr}	= Ara tekrarlanabilirlikten kaynaklanan ölçüm belirsizliği
$n_{gün}$	= Toplam gün sayısı
u_{Co}	= Doğrusal aralıktan kaynaklanan ölçüm belirsizliği
$u_{gerçeklik}$	= Gerçeklikten kaynaklanan ölçüm belirsizliği

55

Yukarıdan Aşağıya Yaklaşımının Avantaj ve Dezavantajları

- Kullanımı kolaydır
- Belirsizlik hesaplamasında derin bilgi gerektirmez
- Hesaplama içersinde bütün etkiler vardır
- Gerçekçi belirsizlik değerleri hesaplanır
- Metot geliştirme aşamasına yardımcı olmaz

56

Genişletilmiş Ölçüm Belirsizliğinin Hesaplanması

- Bileşik standart ölçüm belirsizliği kapsam faktörü ile çarpılarak genişletilmiş belirsizlik hesaplanır.
- Kapsam faktörü **k** seçilirken istenen güvenilirlik aralığı ve sonuçların dağılımı göz önüne alınır.
- Normal olarak % 95 güvenilirlik seviyesi için k = 2 seçilir.
- Eğer standart ölçüm belirsizliği az sayıda ölçüm sonucundan (6'dan az serbestlik derecesi ile) hesaplanmışsa **k**'nın seçimi serbestlik derecesine göre belirlenmelidir.
- **k** katsayısının bulunmasında yapılan ölçüm sayısından hesaplanan serbestlik derecesindeki t–student faktörü kullanılır.

57

Belirsizliğin Raporlanması

- Standart ölçüm belirsizliğin raporlanması:

  Sonuç: x birim, bileşik standart ölçüm belirsizliği
  Örnek: Toplam azot: (3,52 0,07) % w/w

- Genişletilmiş belirsizliğin raporlanması: Genellikle % 95 güvenilirlikle standart k = 2 için verilir.

  Sonuç: X U (birim)

  Örnek: Toplam Azot: (3,52 0,14) % w/w (k = 2 ve % 95 güvenilirlik düzeyi).

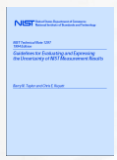
58

Kaynaklar

- EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement Third Edition 2012.
- ISO Guide to Expression of Uncertainty in Measurement (ISO 1995).
- Measurement Uncertainty: Approaches to the evaluation of uncertainties with recovery Vicki J. Barwick and Stephen L. R. Ellison, Analyst, 1999,124,981-990.
- Statistical Manual of the Association of Official Analytical Chemists, W. J. Youden and E. H. Steiner, Association of Official Analytical Chemist, Arlington, VA, 1975, ISBN 0-935584-15-3.
- Practical Statistics for the Analytical Scientist, A Bench Guide, T. J. Farrant, Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK, 1997, ISBN 0-85404 442 6.
- V. J. Barwick and S. L. R. Ellison, Evaluating uncertainties associated with recovery, 1998, VAM Technical Report, LGC/VAM/1998/052.

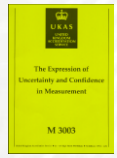
59

Kaynaklar











60

Kaynaklar

- http://www.measurementuncertainty.org
- http://www.ukas.com/information_centre/technical/technical_uncertain.asp
- http://www.uncertaintymanager.com
- http://www.european-accreditation.org
- http://www.npl.co.uk/publications/good_practice/uncert
- http://www.ilac.org/downloads/llac-g17.pdf
- http://www.metrodata.de/papers/resistor_en.pdf
- http://www.physics.nist.gov/cuu/Uncertainty/index.html

61



UME







Teşekkür ederim...





^{210}Po ANALİZLERİNDE DEDEKSİYON LİMİTİ VE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ HESAPLAMALARI

Dr. Emin GÜNGÖR
Dr. Nurdan GÜNGÖR

^{210}Po Analizlerinde Dedeksiyon Limiti ve Ölçüm Belirsizliği Hesaplamaları

18 Mayıs 2013

Dr. Emin GÜNGÖR
Dr. Nurdan GÜNGÖR
TAEK, ÇNAEM

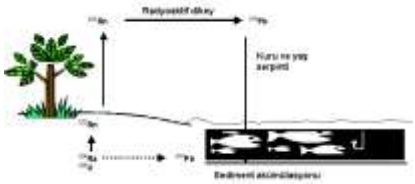
İçerik

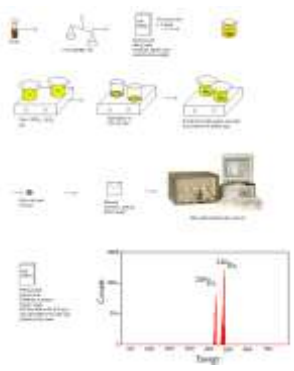
- ^{210}Po radyoizotopunun önemi ve insana geçiş yolları
- Materyal Metod
- Ölçüm belirsizliği hesaplamaları
- Dedeksiyon limiti hesaplamaları

^{210}Po' un meydana gelmesi



^{210}Pb ve ^{210}Po'nun doğadaki davranışı





Fiziksel datalar

Radyoizotop	Yarı-ömür	Enerji MeV	Yayınlanma olasılığı
^{208}Po (atom.kaeri)	2.898 (2) yıl	4.220 (15) 5.11149 (14)	0.00024 (7) 99.9976 (7)
^{209}Po (nucleide.org)	102 (5) yıl	4.622 (5) 4.883 (2) 4.885 (2)	0.548 (7) 79.2 (32) 19.8 (32)
^{210}Po (nucleide.org)	138,3763 (17) gün	4.60436 (9) 5.40746 (7)	0.00124 (4) 99,99876 (4)

Aktivite Konsantrasyonu Hesaplamaları

$$c_{Po,1} = \frac{a_T . m_T . r_n}{m_s . r_{nt}} . f_1 . f_2 . f_3$$

a_T : ^{209}Po izleyicinin referans tarihindeki spesifik aktivitesi [Bq g^{-1}]
m_T : ilave edilen ^{209}Po izleyicinin kütlesi [g]
r_n : ^{210}Po radyonüklidinin net sayım hızı [s^{-1}]
r_{nt} : ^{209}Po radyonüklidinin net sayım hızı [s^{-1}]
m_s : örnek

Aktivite Konsantrasyonu Hesaplamaları

$$f_3 = \lambda .\Delta /(1- \exp(\lambda .\Delta))$$



$$f_1 = \exp(\lambda .\Delta)$$

$$f_2 = \exp(\lambda .\Delta)$$

Belirsizlik hesaplamaları

$$r_n = _ - _ \ldots \text{belirsizliği} \ldots u(r_n) = \sqrt{\frac{r_{gr}}{t_s} + \frac{r_b}{t_b}}$$

$$u(f_1) = c_1 . t_1 . u(\lambda .)$$

$$u(f_2) = c_2 . t_2 . u(\lambda .)$$

$$u(f_3) = c_3 . \left\{ - . . t_3 . \frac{\exp(- t_3)}{1- \exp(- t_3)} \right\} . \frac{u(\lambda .)}{\lambda .}$$

$$u(c_{Po,1}) = c_{Po,1} \sqrt{\frac{u^2(a_T)}{a^2_T} + \frac{u^2(r_n)}{r^2_n} + \frac{u^2(r_{nt})}{r^2_{nt}} + \frac{u^2(m_s)}{m^2_s} + \frac{u^2(m_T)}{m^2_T} + \frac{u^2(f_1)}{f^2_1} + \frac{u^2(f_2)}{f^2_2} + \frac{u^2(f_3)}{f^2_3}}$$

Belirsizlik hesaplamaları



Belirsizlik hesaplamaları

Sembol	Birim	Değişken	Belirsizlik değeri
a_T	Bq.g^{-1}	0,03449	0,00057
r_{gr}	s^{-1}	0,00515	0,00014
r_n	s^{-1}	1,42x10^{-5}	5,38x10^{-5}
r_b	s^{-1}	0,01085	0,00021
r_0	s^{-1}	3,25x10^{-5}	8,13x10^{-6}
m_T	g^{-1}	0,8944	0,00020
m_s	g^{-1}	0,3157	0,00014
λ_{Po}	d^{-1}	8,535x10^{-3}	4,61x10^{-7}
λ_{Pb}	d^{-1}	0,00501	6,15x10^{-8}
f_1		1,2392	0,00144
f_2		1,0050	6,181x10^{-8}
f_3		1,0075	9,23x10^{-8}
t_1	d	2513	
t_2	d	1	
t_3	d	3	
C_{Po}	Bq.kg^{-1}	258,24	9, 74 (1 σ)

Dedeksiyon limiti

$$MDA = \frac{2{,}71 + 3{,}29 * (r_0)^{(1/2)} * (t_3)^{(1/2)} * (1 + \frac{t_3}{t_0})^{(1/2)}}{t_3 . \varepsilon . Y . m_s}$$

MDA = 0.0001 Bq/kg olarak bulunur.

Sonuç

Hedef Değer Bq/kg	Bulunan Değer Bq/kg
259,5 12,3 (1 σ)	258,24 9,74 (1 σ)

Bias %	z score	u test	/certificate	A1	A2	trueness	p(%)	precision	final score
-0,4855	-,04855	0,080309	1,00	1,2600	40,4787	A	6,06	A	A



GAZ KROMATOGRAFİ TEKNİĞİ İLE YAPILAN DENEYLERDE METOT VALİDASYONU VE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ (PESTİSİT TAYİNİ)

Burcu BİNİCİ

Gaz Kromatografi Tekniği ile Yapılan Deneylerde Metot Validasyonu ve Ölçüm Belirsizliği (Pestisit Tayini)

Burcu BİNİCİ

burcu.binici@tubitak.gov.tr
TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü,PK:54 41470 Gebze/Kocaeli

Domateste Klorlu Pestisit Tayini





Analiz Metodu - Kromatografik Yöntem

Cihaz	• GC-ECD
Kolon ve Enjeksiyon Miktarı	• %5 phenyl-% 95 metil polisiloksan • 60 m*0.25 mm*0.25 µm • 1 µL
Sıcaklık programı	• 150 °C (1 dk bekleme) • 20 °C/dk - 200 °C (1 dk bekleme) • 2 °C/dk - 280 °C (10 dk bekleme)
Enjektör ve Detektör Sıcaklığı	• 250 °C • 300 °C
Taşıyıcı ve Make-up Gaz	• Helyum – 1 mL dk^{-1} • Azot

Analiz Metodu - Örnek Hazırlama



15 g başlangıç madde miktarı

- 80 mL etil asetat
- 5 dk vorteks
- 5 dk ultrasonik banyo
- Üstte kalan sıvı kısım pipetle alınarak içerisinde 30 g susuz sodyum sülfat olan huniden geçirilerek buharlaştırma balonunda toplanır.
- 30 mL etil asetat
- 5 dk ultrasonik banyo
- Huniden filtrasyon
- Kavanoz 3 kere 5 mL etil asetatla yıkanır
- Filtrasyon ve 2-3 mL kalana kadar döner buharlaştırıcıda buharlaştırılır.

Analiz Metodu - Örnek Hazırlama





Saflaştırma

Saflaştırma Şartları	
Yıkama	Siklohegzan (20 mL)
Elüsyon	Siklohegzan:Etilasetat (1:1) (100 mL)

Son miktar azot altında 5 mL ye ayarlanmıştır.

Metot Validasyonu



Doğrusallık ve Çalışma Aralığı / LOD ve LOQ

- 6 farklı seviyede domates matrisinde kalibrasyon çözeltileri hazırlanıp analiz edilerek doğrusal çalışma aralığı belirlenmiştir.
- Algılama sınırı (LOD) ve tayin sınırı (LOQ) değerlerinin belirlenmesi için, içerisinde analitin olmadığı boş domates örneğine 5 ppb'lik ekleme yapılıp metot 5 defa uygulanmıştır. Elde edilen sonuçların standart sapmasının 3 katı alınarak LOD, 10 katı alınarak da LOQ hesaplanmıştır.

7

Doğrusallık ve Çalışma Aralığı / LOD ve LOQ

Bileşik	R^2	Lineer aralık (ng mL^{-1})	LOD (ng mL^{-1})	LOQ (ng mL^{-1})
Alfa BHC	0,9987	5-250	1,12	3,73
Gama BHC	0,9980	5-250	1,17	3,90
Heptaklor	0,9992	5-250	0,75	2,50
Aldrin	0,9991	5-250	0,56	1,87
Beta BHC	0,9988	5-250	0,85	2,83
Delta BHC	0,9992	5-250	1,51	5,03
Epoksiheptaklor	0,9991	5-250	1,12	3,73
Endosulfan I	0,9988	5-250	1,16	3,87
pp DDE	0,9992	5-250	1,16	3,87
Dieldrin	0,9991	5-250	1,03	3,43
Endrin	0,9982	5-250	1,94	6,47
pp DDD	0,9991	5-250	1,60	5,33
Endosulfan II	0,9993	5-250	1,42	4,73
pp DDT	0,9914	15-250	2,92	9,73
Endrin aldehit	0,9946	15-250	3,37	11,23
Metoksiklor	0,9900	15-250	3,88	12,93
Endosulfan sülfat	0,9992	5-250	1,95	6,50
Endrin keton	0,9985	15-250	2,38	7,93

8

Tekrarlanabilirlik

- Gün içi tekrarlanabilirlik
  - Gün içi tekrarlanabilirlik deneyleri için 5 domates örneğine 25 ppb, 100 ppb, 200 ppb'lik 18 klorlu pestisit standart eklemesi yapılarak metot uygulanmıştır.
- Günler arası tekrarlanabilirlik
  - Günler arası tekrarlanabilirlik için ise domates örneğine 6 hafta boyunca üç konsantrasyon seviyesinde bir defa 18 klorlu pestisit standart eklemesi yapılarak metot uygulanmıştır.

9

Gün İçi Tekrarlanabilirlik

Bileşikler	25 ppb geri kazanım	Standart Sapma	% rsd	100 ppb geri kazanım	standart sapma	% rsd	200 ppb geri kazanım	standart sapma	% rsd
Alfa BHC	99,9	3,3	3,3	114,7	9,4	8,2	112,2	9,2	8,2
Gama BHC	78,9	2,9	3,7	85,6	6,3	7,4	85,1	7,2	8,4
Heptaklor	72,2	4,0	5,5	61,5	3,1	5,0	69,7	5,7	8,2
Aldrin	77,1	3,3	4,3	75,0	5,8	7,7	83,2	6,4	7,7
Beta BHC	90,4	3,8	4,2	77,3	6,4	8,3	80,0	6,6	8,3
Delta BHC	93,8	17,7	18,9	105,0	8,0	7,7	104,7	8,3	7,9
Epoksiheptaklor	76,0	3,1	4,0	73,3	5,6	7,6	75,1	6,2	8,2
Endosulfan I	71,8	3,6	4,9	71,2	5,2	7,2	73,8	5,9	8,0
pp DDE	78,6	4,0	5,1	74,0	5,4	7,3	83,6	6,5	7,7
Dieldrin	75,9	3,0	4,0	72,8	4,5	6,1	75,1	6,1	8,2
Endrin	83,1	3,6	4,3	71,3	6,3	8,8	90,0	9,7	10,8
pp DDD	85,1	4,0	4,8	85,5	6,2	7,2	93,4	7,1	7,6
Endosulfan II	78,9	3,4	4,3	69,9	5,1	7,2	71,9	5,9	8,2
pp DDT				24,3	3,9	16,0	36,0	5,7	15,7
Endrin aldehit	75,0	5,9	7,9	76,0	9,4	12,4	76,2	14,4	18,9
Metoksiklor				24,3	3,6	14,7	27,7	6,4	22,9
Endosulfan sulfat	78,9	4,0	5,1	78,5	3,9	4,9	77,1	1,4	1,8
Endrin keton	102,0	6,0	5,9	127,9	6,6	5,1	126,0	11,0	8,7

10

Günler Arası Tekrarlanabilirlik

Bileşikler	25 ppb % rsd	100 ppb % rsd	200 ppb % rsd
Alfa BHC	8,5	8,8	5,0
Gamma BHC	11,3	13,7	4,8
Heptaklor	10,5	17,1	10,2
Aldrin	10,2	14,7	5,1
Beta BHC	3,4	13,6	6,2
Delta BHC	9,6	11,7	5,1
Epoksiheptaklor	5,6	12,7	6,0
Endosulfan I	8,4	12,5	7,0
pp DDE	8,9	14,8	5,7
Dieldrin	10,6	12,7	5,8
Endrin	10,8	12,6	11,4
pp DDD	8,2	7,4	9,5
Endosulfan II	7,9	13,1	6,4
pp DDT		21,5	16,8
Endrin aldehit	12,6	22,8	24,9
Methoksiklor		17,0	16,8
Endosulfan sulfate	8,6	12,1	5,3
Endrin keton	13,0	15,3	8,3

11

Doğruluk

- Analiz yönteminin doğruluğunu tespit etmek için hem standart ekleme yöntemi kullanılarak geri kazanım deneyleri yapılmış hem de iki adet standart referans madde seçilerek metot uygulanmıştır.
- NIST 3069 ve NIST 2275 isimli
- Bu standart malzemelerden 50 µL alınıp 500 mL blank matrikslere ekleme yapılarak metot uygulanmıştır.

12

Doğruluk - Geri Kazanım Deneyleri

Bileşikler	25 ppb geri kazanım	Standart Sapma	% rsd	100 ppb geri kazanım	standart sapma	% rsd	200 ppb geri kazanım	standart sapma	% rsd
Alfa BHC	99,9	3,3	3,3	114,7	9,4	8,2	112,2	9,2	8,2
Gama BHC	78,9	2,9	3,7	85,6	6,3	7,4	85,1	7,2	8,4
Heptaklor	72,2	4,0	5,5	61,5	3,1	5,0	69,7	5,7	8,2
Aldrin	77,1	3,3	4,3	75,0	5,8	7,7	83,2	6,4	7,7
Beta BHC	90,4	3,8	4,2	77,3	6,4	8,3	80,0	6,6	8,3
Delta BHC	93,8	17,7	18,9	105,0	8,0	7,7	104,7	8,3	7,9
Epoksiheptaklor	76,0	3,1	4,0	73,3	5,6	7,6	75,1	6,2	8,2
Endosulfan I	71,8	3,6	4,9	71,2	5,2	7,2	73,8	5,9	8,0
pp DDE	78,6	4,0	5,1	74,0	5,4	7,3	83,6	6,5	7,7
Dieldrin	75,9	3,0	4,0	72,8	4,5	6,1	75,1	6,1	8,2
Endrin	83,1	3,6	4,3	71,3	6,3	8,8	90,0	9,7	10,8
pp DDD	85,1	4,0	4,8	85,5	6,2	7,2	93,4	7,1	7,6
Endosulfan II	78,9	3,4	4,3	69,9	5,1	7,2	71,9	5,9	8,2
pp DDT				24,3	3,9	16,0	36,0	5,7	15,7
Endrin aldehit	75,0	5,9	7,9	76,0	9,4	12,4	76,2	14,4	18,9
Metoksiklor				24,3	3,6	14,7	27,7	6,4	22,9
Endosulfan sulfat	78,9	4,0	5,1	78,5	3.9	4,9	77,1	1,4	1,8
Endrin keton	102,0	6,0	5,9	127,9	6,6	5,1	126,0	11,0	8,7

13

Doğruluk – NIST 3069

Bileşikler	Geri kazanım	Standart Sapma	% rsd
Gamma BHC	92	6,5	7,2
Heptaklor	112	18	16
Aldrin	59	4,6	7,7
Beta BHC	94	5,4	5,7
Delta BHC	27	3,2	12
Epoksiheptaklor	95	9,4	9,9
Endosulfan I	81	7,7	9,5
pp DDE	98	9,1	9,2
Dieldrin	37	3,6	9,6
Endrin	76	3,1	4,0
pp DDD	87	5,5	6,3
Endosulfan II	87	7,8	9,0
pp DDT	69	15	22
Methoksiklor	83	6,4	7,7

14

Doğruluk – NIST 2275

Bileşikler	Geri kazanım	Standart Sapma	% rsd
Alfa BHC	99	4,0	4,1
Beta BHC	93	3,9	4,2
Endosulfan I	98	4,3	4,4
Endrin	84	3,3	4,0
Endosülfan II	95	4,3	4,5
Endosulfansülfat	93	4,2	4,6

15

Belirsizlik Hesaplamaları – Model Denklemi

$$Konsantrasyon = \frac{CA \times V_{son}}{m_{örnek}} x \frac{1}{Rec}$$

CA : Kalibrasyon eğrisinden hesaplanan konsantrasyon (ng mL^{-1})
V_{son} : En son seyreltilen hacim (5 mL)
Rec : Geri kazanım
$m_{örnek}$: Tartılan örnek ağırlığı (15 g)

16

Belirsizlik Bileşenleri

- Örnek tartım belirsizliği
- Örnek hacim belirsizliği
- Kalibrasyon standardı ve hazırlanan stok çözelti belirsizliği
- Kalibrasyon eğrisinden gelen belirsizlik
- Geri kazanım ve tekrarlanabilirlik belirsizliği

17

Metot Belirsizlik Bütçesi-Aldrin

Parametre	Değer (X)	u(x)	u(x)/X
Standart çözelti (µg/L)	1000	7,45	0,00745
Tartım (mg)	15000	0,244	0,0000163
Örnek son hacmi (mL)	5	0,00860	0,0017
Kalibrasyon belirsizliği	100	1,791	0,01791
Geri kazanım	0,75	0,015	0,0151
Bağıl bileşik belirsizlik			0,0247
Ölçüm sonucu	100		
Bileşik standart ölçüm belirsizliği		2,47	
Genişletilmiş ölçüm belirsizliği(k=2)		5,62	
Bağıl belirsizlik (%)		5,62	

18

Tüm Pestisit Bileşikleri Sonuçları±Belirsizlik Değerleri

Bileşik	Konsantrasyon (µg L^{-1})	%95 CL)
Alfa BHC	100	7,38
Gama BHC	100	7,43
Heptaklor	100	5,50
Aldrin	100	5,62
Beta BHC	100	6,24
Delta BHC	100	5,73
Epoksiheptaklor	100	5,74
Endosulfan I	100	5,74
pp DDE	100	7,46
Dieldrin	100	5,03
Endrin	100	9,49
pp DDD	100	6,19
Endosulfan II	100	5,18
pp DDT	100	12,2
Endrin aldehit	100	14,8
Metoksiklor	100	13,8
Endosulfan sülfat	100	4,85
Endrin keton	100	8,37

19

Teşekkürler

Burcu BİNİCİ
burcu.binici@tubitak.gov.tr

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü PK:54 41470 Gebze/Kocaeli



ICP-MS METODUNDA METOT VALİDASYONU VE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ
(Eser Element Tayini)

Emrah UYSAL, Nilgün TOKMAN



Gıdalarda Eser Elementler

Ağır metaller biyolojik etkinliklerine göre,

- Yaşamsal (Cu, Zn ve Fe gibi)
- Yaşamsal olmayan

olarak sınıflandırılmaktadırlar.

2

Gıdalarda Eser Elementler

Yaşamsal olmayan elementlerden;

- Kadmiyum insanlarda sindirim güçlüğüne, üreme yetersizliğine neden olmaktadır ve kanserojen madde olarak davranmasından şüphe edilmektedir.
- Kurşun ise çocuklarda anlama yeteneğinin azalmasına ve yetişkinlerde kan basıncının düşmesine, kalp ve damar hastalıklarına neden olmaktadır.
- Ayrıca gıdaların metal kutularda saklanması sırasında, yüzeylerden çözünen kalay gibi ağır metaller metal kirlenmesine neden olmaktadır.

3

Gıdalarda Eser Elementler

İnsanların sağlığını korumak için ağır metallerin toksikolojik olarak kabul edilebilir düzeyin altında olması gerekir.

Gıda maddelerindeki ağır metal derişimlerinin belirlenen sınırlar içerisinde olup olmadığı yasal kuruluşlar tarafından düzenli olarak kontrol edilmesi zorunlu hale getirilmiştir. Bu kontrollerin yapılması için ölçüm sonuçlarının güvenilir olması hayati önem taşımaktadır.

MV ölçüm sonuçlarının kalitesi açısından çok önemli bir süreçtir.

4

Örnek Hazırlama

Çözünürleştirme işlemi:

- Yaklaşık 1 g (+/- 0.0001 g) örnek
- TFM MW kapları
- 7 mL Suprapure HNO_3 (65%, m/m), 0,5 mL Suprapure HCl (30%, m/m) ve 0,5 mL Suprapure H_2O_2 (30%, m/m)
- CEM MARS 5 (180 ^oC'de 20 dak)
- Çözeltiler deiyonize su kullanılarak 50 mL'ye seyreltilmiştir (PFA balon joje)
- Standart ekleme yöntemi

5

Deneysel

- Yüksek Çözünürlüklü ICP MS cihazı
  Thermo ELEMENT2 HR ICP MS
- Standart ekleme yöntemi kullanılmıştır
- Sonuçların değerlendirilmesi ve belirsizlik hesabının yapılması

6

Metot Validasyonu

Parametreler;

- Ölçüm (cihaz) parametreleri
- Doğrusallık
- Algılama ve Tayin Sınırı
- Doğruluk (Accuracy)
  - Tekrarlanabilirlik
  - Geri Kazanım/Gerçeklik (Trueness)

7

Cihaz Parametreleri

- Örnek gaz akışı
- Örnek gaz akışı (L min−1) 1.16
- Plazma gücü (RF Power): 1200 W
- Lens voltajları
- Örnek çekiş hızı (Peristaltik Pompa) : 15 rpm
- Sampling cone (orifice dia., mm) Platinum (1)
- Skimmer cone (orifice dia., mm) Platinum (0.8)
- Nominal resolution LR = 400, MR = 4000, HR = 10,000
- Scanning mode Both (analog and counting)
- Tarama sayısı: Her bir izotop için 9
- Coolant gas flow (L min−1) 16
- Auxiliary gas flow (Lmin−1) 0.8
- Auto sampler CETAC ASX-510
- Rinse time (s) 20
- Sample uptake time (s) 80
- Nebulizer PFA micronebulizer (50_Lmin−1)
- Spray chamber PFA

8

İzotoplar ve Çözünürlük Modları

	Kütle	Çözünürlük*
Cu	63, 65	LR-MR
Cd	111	LR-MR
	114	LR -MR
Fe	54	MR
	57	MR
	206	
Pb	207	LR-MR
	208	LR, MR
Sn	117-118	MR-HR
	220	MR-HR
Zn	64-66	LR-MR
	68	LR-MR

LR :Düşük çözünürlük ~300
MR :Orta çözünürlük ~4000
HR :Yüksek çözünürlük ~10000

9

Doğrusallık

- Standart ekleme yöntemine göre “0”, “1”, “3”, “7”, “10”, “30” ve “50” µg/L’lik tayini yapılacak metalleri içerecek şekilde standart çözelti
- Çözeltideki derişimi % 2 olacak şekilde yüksek saflıkta derişik HNO_3 (%65 w/w)
- Derişimi 5 µg/L olacak şekilde iç standart (internal standard) olarak indiyum

10

Doğrusallık

- Böylece örneklerin analizi sırasında hem standart ekleme (standard addition) hem de iç standart (internal standard) yöntemleri aynı anda kullanılarak kalibrasyon grafikleri çizilmiş olur.
- Tüm analitlerin ilgili izotoplarına ait tün kalibrasyon grafikleri en az 0,999 ya da daha iyi birer korelasyon katsayısına sahiptir.

11

Algılama ve Tayin Sınırları

- Bir ölçüm metodu ile güvenli bir şekilde **algılanabilen en düşük** analit derişimidir. LOQ ise; bir ölçüm metodu ile **kabul edilebilir kesinlikte ve doğrulukta ölçülebilen** en düşük analit derişimidir.
- Bir başka değişle, (kalibrasyon grafiğinde) kör (blank) sinyaline karşılık gelen derişim değerlerinin standart sapmasının 3 (LOQ için 10) katıdır.
- 10 adet kör numune (blank)’e ait ölçümlerin standart sapma değerinin 3 katı olarak LOD 10 katı olarak da LOQ hesaplanmıştır. Aşağıda Tabloda bulunan LOD ve LOQ değerleri verilmiştir.

12

Algılama ve Tayin Sınırları

Cd, Cu, Fe, Pb, Sn ve Zn için LOD ve LOQ değerleri

	Cd	Cu	Fe	Pb	Sn	Zn
LOD (ng kg^{-1})	0.02	0.03	0.04	0.01	0.04	0.63
LOQ (ng kg^{-1})	0.05	0.26	0.12	0.03	0.14	2.69

13

Geri Kazanım/Gerçeklik

Geri Kazanım testi için sertifikalı referans malzeme, NIST SRM 1573a Tomato Leaves, kullanılmıştır. Sertifikalı referans malzeme örneğinden 3 adet 0,1 mg hassasiyetle tartılarak alınan örnekler (0,20-0,25 g) mikrodalga cihazında çözünürleştirilmiştir.

Salça örnekleriyle beraber aynı ölçüm dizini içinde HR-ICP-MS yardımıyla analiz edilmiştir.

14

Geri Kazanım/Gerçeklik

Yapılan analiz sonucunda bulunan metal derişimleri ve sertifika değerleri kullanılarak her bir element için % geri kazanım değerleri aşağıdaki formül yardımıyla hesaplanır:

$$\%\,\text{Geri kazanım} = \left(\frac{C_2}{C_1}\right) * 100$$

- C2 = Analiz sonucunda bulunan değer
- C1 = Sertifikada verilen değer

15

Geri Kazanım/Gerçeklik

	Cu	Cd	Fe	Zn
Ortalama	4,82	1,53	338	30,8
Sertifika Değeri	4,70	1,52	368	30,9
Geri Kazanım (%)	**102.6**	**100.7**	**92**	**99.7**

16

Tekrarlanabilirlik

- Tekrarlanabilirlik metot validasyonu, homojenlik ve kararlılık çalışmaları için önemli bir parametredir.
- Genel metot tekrarlanabilirliği (örnek hazırlama da dahil) ve ara kesinlik (günlük varyasyon) çalışmaları da metot validasyon sürecine dahildir.
- Tekrarlanabilirlik ve ara kesinlik örneklerin analizinden elde edilen sonuçlar için Single Factor Analysis of Variance (one-way ANOVA) kullanılarak yapılmıştır.

17

Tekrarlanabilirlik

- Tekrarlanabilirlik (Aynı gün)
  - 3 farklı şişedeki salça numunesi
  - 3 paralel örnek alınarak HR-ICP-MS cihazında analiz edilmiştir.
- Tekrarlanabilirlik (Farklı gün)
  - 3 farklı şişedeki salça numunesi
  - 3 farklı örnek alınarak HR-ICP-MS cihazında analiz edilmiştir.
  - Aynı işlem aynı kişi tarafından 3 farklı günde tekrar edilmiştir.

18

Tekrarlanabilirlik

$$RSD_{rep} = \frac{\sqrt{MS_{within}}}{X_{mean}} x100$$

$$RSD_{ip} = \frac{\sqrt{\frac{MS_{between} - MS_{within}}{n}}}{X_{mean}} x100$$

Tekrarlanabilirlik

Sample Number	Cd			Cu			Fe		
	Day			Day			Day		
	1st	2nd	3rd	1st	2nd	3rd	1st	2nd	3rd
1	4.64	4.63	4.65	9.75	9.73	9.75	56.36	55.72	56.70
2	4.76	4.74	4.71	9.76	9.64	9.76	56.79	57.07	55.94
3	4.65	4.78	4.68	9.75	9.69	9.71	56.51	55.91	56.49
RSD_{rep}	1.31			0.31			0.88		
RSD_{ip}	0.62			0.31			0.42		
$F_{experimental}$	0.326			4.048			0.314		
F_{critic}	5.143			5.143			5.143		

Tekrarlanabilirlik

Sample Number	Pb			Sn			Zn		
	Day			Day			Day		
	1st	2nd	3rd	1st	2nd	3rd	1st	2nd	3rd
1	4.75	4.75	4.62	28.31	28.40	28.29	31.63	31.53	31.65
2	4.77	4.85	4.66	28.10	28.51	28.49	31.40	31.59	31.51
3	4.87	4.85	4.71	28.20	28.40	28.39	31.72	31.83	31.50
RSD_{rep}	1.18			0.32			0.45		
RSD_{ip}	1.61			0.39			0.20		
$F_{experimental}$	1.076			0.053			0.371		
F_{critic}	5.143			5.143			5.143		

Ölçüm Belirsizliği

Salçadaki analit derişimleri aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır:

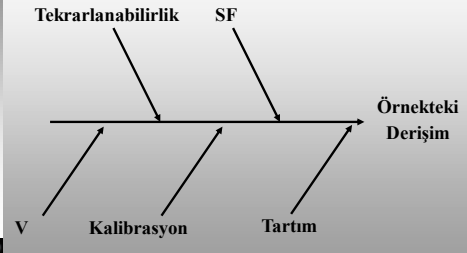
$$AnalitDerişimi\ (mgkg^{-1}) = \frac{(C_{örnek} - C_{blank}) \times V_{final}}{m_{örnek}} \times F$$

Ölçüm Belirsizliği Bileşenleri

Bu formülasyona göre belirsizlik bileşenleri aşağıda verilmiştir:

1. Kalibrasyon eğrileri, standartların ve iç standartın stok çözeltileri (C),
2. Örneklerin tartımları (m_{sample})
3. Çözündürülmüş örneklerin seyreltilmiş hacimleri (V_{final})
4. Tekrarlanabilirlik (rep)
5. Seyreltme Faktörü (SF)

Belirsizlik Kaynaklarının Belirlenmesi (Neden-Etki Diyagramı)



Ölçüm Belirsizliği

- Birleşik standart belirsizlik aşağıdaki eşitlik kullanılarak her bir parametreye ait belirsizlik değerlerinin birleştirilmiş halidir:

$$u(C) = \sqrt{u^2(C) + {}^2(m_{sample}) + {}^2(V_{final}) + {}^2(rep) + {}^2(SF)}$$

- Standart birleşik belirsizlikler iki ile çarpılarak (%95 güvenilirlik aralığı içinde) genişletilmiş belirsizlik değeri elde edilmiştir

25

Cd için Belirsizlik Bütçesi

Parametre	Ölçüm (X)	u(x)	u(x)/X
Stok çözelti (1 mg/l)	1	0,000599	0,0006
Stok çözelti (0,1 mg/l)	0,1	0,000093	0,0009
Örnek Seyreltmesi	1	0,00048	0,0005
Tartım	1	2,09E-06	0,000002
Kalibrasyon eğrisi	4.61	0,1325	0,0287
Tekrarlanabilirlik	4.61	0,0199	0,0043
Bağıl Birleşik Belirsizlik			0,029
Ölçüm Sonucu (mg/kg)	4,61		
Birleşik Belirsizlik		0,13	
Genişletilmiş Belirsizlik (k=2)		0,26	
Bağıl Genişletilmiş Belirsizlik (%)		5,82	

26

Cu için Belirsizlik Bütçesi

Parametre	Ölçüm (X)	u(x)	u(x)/X
Stok çözelti (1 mg/l)	1	0,000599	0,0006
Stok çözelti (0,1 mg/l)	0,1	0,000093	0,0009
Örnek Seyreltmesi	1	0,00048	0,0005
Tartım	1	2,09E-06	0,000002
Kalibrasyon eğrisi	9,77	0,0610	0,0062
Tekrarlanabilirlik	9,77	0,0381	0,0039
Bağıl Birleşik Belirsizlik			0,007
Ölçüm Sonucu (mg/kg)	9,77		
Birleşik Belirsizlik		0,07	
Genişletilmiş Belirsizlik (k=2)		0,15	
Bağıl Genişletilmiş Belirsizlik (%)		1,49	

27

Fe için Belirsizlik Bütçesi

Parametre	Ölçüm (X)	u(x)	u(x)/X
Stok çözelti (1 mg/l)	1	0,000599	0,0006
Stok çözelti (0,1 mg/l)	0,1	0,000093	0,0009
Örnek Seyreltmesi	1	0,00048	0,0005
Tartım	1	2,09E-06	0,000002
Kalibrasyon eğrisi	55,97	0,7216	0,0129
Tekrarlanabilirlik	55,97	0,1999	0,0036
Bağıl Birleşik Belirsizlik			0,013
Ölçüm Sonucu (mg/kg)	55,97		
Birleşik Belirsizlik		0,75	
Genişletilmiş Belirsizlik (k=2)		1,50	
Bağıl Genişletilmiş Belirsizlik (%)		2,69	

28

Pb için Belirsizlik Bütçesi

Parametre	Ölçüm (X)	u(x)	u(x)/X
Stok çözelti (1 mg/l)	1	0,000599	0,0006
Stok çözelti (0,1 mg/l)	0,1	0,000093	0,0009
Örnek Seyreltmesi	1	0,00048	0,0005
Tartım	1	2,09E-06	0,000002
Kalibrasyon eğrisi	4,67	0,1775	0,0380
Tekrarlanabilirlik	4,67	0,0169	0,0036
Bağıl Birleşik Belirsizlik			0,038
Ölçüm Sonucu (mg/kg)	4,67		
Birleşik Belirsizlik		0,18	
Genişletilmiş Belirsizlik (k=2)		0,36	
Bağıl Genişletilmiş Belirsizlik (%)		7,64	

29

Sn için Belirsizlik Bütçesi

Parametre	Ölçüm (X)	u(x)	u(x)/X
Stok çözelti (1 mg/l)	1	0,000599	0,0006
Stok çözelti (0,1 mg/l)	0,1	0,000093	0,0009
Örnek Seyreltmesi	1	0,00048	0,0005
Tartım	1	2,09E-06	0,000002
Kalibrasyon eğrisi	28,39	0,2353	0,0083
Tekrarlanabilirlik	28,39	0,0330	0,0012
Bağıl Birleşik Belirsizlik			0,008
Ölçüm Sonucu (mg/kg)	28,39		
Birleşik Belirsizlik		0,24	
Genişletilmiş Belirsizlik (k=2)		0,48	
Bağıl Genişletilmiş Belirsizlik (%)		1,69	

30

Zn için Belirsizlik Bütçesi

Parametre	Ölçüm (X)	u(x)	u(x)/X
Stok çözelti (1 mg/l)	1	0,000599	0,0006
Stok çözelti (0,1 mg/l)	0,1	0,000093	0,0009
Örnek Seyreltmesi	1	0,00048	0,0005
Tartım	1	2,09E-06	0,000002
Kalibrasyon eğrisi	31,83	0,2525	0,0079
Tekrarlanabilirlik	31,83	0,0695	0,0022
Bağıl Birleşik Belirsizlik			0,008
Ölçüm Sonucu (mg/kg)	31,83		
Birleşik Belirsizlik		0,26	
Genişletilmiş Belirsizlik (k=2)		0,53	
Bağıl Genişletilmiş Belirsizlik (%)		1,66	

İLGİNİZE
TEŞEKKÜRLER …



İYON KROMATOGRAFİSİ TEKNİĞİ İLE YAPILAN DENEYLERDE METOT VALİDASYONU VE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ
(Anyon Tayini)

Dr. F. Gonca COŞKUN

UME

İyon Kromatografisi Tekniği ile Yapılan Deneylerde Metot Validasyonu ve Ölçüm Belirsizliği (Anyon Tayini)



Dr. F. Gonca COŞKUN
Uzman Araştırmacı

İstanbul, 16-18 Mayıs 2013

İçerik

- İçme sularında inorganik anyonlar
- Materyal ve metot
- Analiz metodunun geçerli kılınması
- Ölçüm belirsizliği



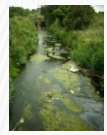
İçme Sularında İnorganik Anyonlar

Ana Kirlilik Kaynakları

- Doğal kaynaklar (F^-, PO_4^{-3}, Cl^-, NO_3^- ve NO_2^-, SO_4^{-2})
- Evsel ve endüstriyel atık sular (PO_4^{-3}, Cl^-, NO_3^- ve NO_2^-,SO_4^{-2})
- Tarım arazisinden taşınma (PO_4^{-3}, Cl^-, NO_3^- ve NO_2^-,SO_4^{-2})
- Endüstriyel atıklar (F^-,SO_4^{-2})
- Atmosferik çökelme (F^-,SO_4^{-2})
- Arıtma sırasında kireç oluşumu ve korozyon kontrolü doğrudan ekleme (PO_4^{-3})
- Buzlanmayı önleyici tuzlar, tuzlu su girişi, arıtma sırasında klor veya klorür kullanımı (Cl^-)
- Doğal ötrofikasyon (NO_3^-)
- Nitratın biyolojik indirgenmesi, nitrat içeren içme suyunun dağıtımı sırasında kimyasal olarak ve içme suyu dağıtımı sisteminde dezenfeksiyon sırasında kloramin kullanılması durumunda Nitrosomonas bakterisi tarafından (NO_2^-)



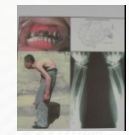





İçme Sularında İnorganik Anyonlar

Sağlık Etkileri

- Diş florizisi, iskelet florizisi (F^-)
- Methemoglobinemi ve siyanoz (NO_2^-)




Diğer Etkiler

- Bakteriyel büyüme (PO_4^{-3})
- Tat, koku ve korozyon (Cl^-, SO_4^{-2})




İçme Sularında İnorganik Anyonlar



Standart Değerleri

Anyon	TS 266	WHO	EPA
F^- (mg/L)	1,5	1,5	4,0
NO_2^- (mg/L)	0,5	3	1
Cl^- (mg/L)	250*	-	250*
NO_3^- (mg/L)	50	50	10
SO_4^{-2} (mg/L)	250*	-	250*

Materyal ve Metot

İyon Kromatografi Sistemi (DIONEX ICS 300)

- Gradient pompa
- Detektör/kromatografi birimi
  - İletkenlik detektörü
  - Enjeksiyon vanası
  - Koruyucu kolon (AG9HC-4 mm)
  - Ayırma kolonu (AS9HC-4mm)
  - Suppressor (ASRS 4 mm)
- Eluent düzenleyici
- Oto-örnekleyici





Materyal ve Metot

- Kromatografik Koşullar
  - Koruyucu kolon: AG9HC-4 mm
  - Ayırma kolonu: AS9HC-4mm
  - Süzücü (suppressor): ASRS-4mm
  - Hareketli faz: 9 mM Na_2CO3
  - Akış hızı: 1 mL/dk
  - İnjeksiyon hacmi: 20 μL

Materyal ve Metot

Kalibrasyon Standartları ve Sertifikalı Referans Madde

- NIST SRM 3181: Sülfat Anyon Standart Çözeltisi
- NIST SRM 3182: Klorür Anyon Standart Çözeltisi
- NIST SRM 3183: Florür Anyon Standart Çözeltisi
- NIST SRM 3185: Nitrat Anyon Standart Çözeltisi
- NIST SRM 3186: Fosfat Anyon Standart Çözeltisi
- ERM-CA015: Sert İçme Suyu-Anyonlar

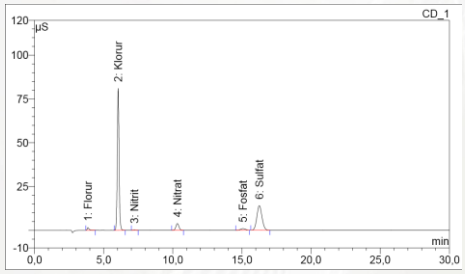


Kullanılan Metot

EPA Method 300.1
Determination of Inorganic Anions in Drinking Water by Ion Chromatography

Materyal ve Metot

Örnek Kromatogram



- Florür: 1,321 ppm
- Klorür: 61,52 ppm
- Nitrit: 0,465 ppm
- Nitrat: 12,10 ppm
- Fosfat: 12,10 ppm
- Sülfat: 50,60 ppm

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

Metot Geçerli Kılma Parametreleri

- Algılama Sınırı (Limit of Detection, LOD)
- Tayin Sınırı (Limit of Quantification, LOQ)
- Tekrarlanabilirlik (Repeatability)
- Ara kesinlik (Intermediate precision)
- Doğrusal Aralık (Linear Range)
- Geri kazanım (Recovery)

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

- Algılama Sınırı
  - Her bir anyon için tahmini tayin sınırının 10 kat seviyesinde 8 adet çözelti hazırlandı
  - Her bir çözelti ikişer kez analiz edildi
  - Algılama sınırı

$$LOD = S \times t$$

S: Tekrar analizlerin standart sapması
t: Öğrenci t değeri (% 99 güven aralığı ve (n-1) serbestlik derecesi için) (n=8 için t=2,998)

- Tayin Sınırı

$$LOQ = 10 \times S$$

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

Örnek	F^- (ppb)	Cl^- (ppb)	NO_3^- (ppb)	SO_4^{-2} (ppb)
1	20,13	101,84	95,456	99,697
2	21,54	99,238	96,635	96,042
3	18,90	101,93	101,83	112,02
4	22,69	98,91	102,72	103,31
5	23,07	100,10	112,88	97,571
6	22,70	103,53	100,64	94,783
7	23,59	103,43	92,788	95,106
8	21,86	99,40	99,906	98,647
Ortalama	21,81	101,05	100,36	99,644
Standart Sapma	1,590	1,878	6,095	5,720
Eklenen Derişim	20,02	99,87	99,98	100,00
LOD	4,8	5,6	18,3	17,1
LOQ	15.9	18,8	61,0	57,2

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

- Tekrarlanabilirlik
  - 10 farklı örnek şişesi
  - 2 paralel örnek alındı
  - Aynı kalibrasyon eğrisi kullanıldı
  - Analiz sonuçları tek yönlü varyans analizi (one way ANOVA) kullanılarak değerlendirildi
- Ara Kesinlik
  - 10 farklı örnek şişesi
  - 2 paralel örnek alındı
  - Aynı işlem aynı kişi tarafından 3 farklı günde tekrar edildi
  - Analiz sonuçları tek yönlü varyans analizi (one way ANOVA) kullanılarak değerlendirildi

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

Tekrarlanabilirlik Sonuçları

Örnek No	F^- (ppm) Paralel Çalışma No		Cl^- (ppm) Paralel Çalışma No	
	1	2	1	2
1	2,979	2,980	131,53	131,46
2	2,991	2,964	131,53	131,61
3	2,999	2,991	131,83	131,94
4	2,988	2,986	131,31	131,29
5	2,992	3,000	131,61	131,72
6	2,988	2,994	131,533	131,47
7	3,015	2,996	131,74	131,48
8	2,996	2,989	131,47	131,42
9	3,001	2,993	131,41	131,46
10	2,998	2,997	131,44	131,39
$F_{deneysel}$	1,613		0,047	
F_{kritik}	4,414		4,414	

14

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

Tekrarlanabilirlik Sonuçları

Örnek No	NO_3^- (ppm) Paralel Çalışma No		SO_4^{-2} (ppm) Paralel Çalışma No	
	1	2	1	2
1	17,23	17,16	38,63	38,60
2	17,12	17,51	38,63	38,65
3	17,43	17,43	38,75	38,77
4	17,17	16,95	38,56	38,52
5	16,72	17,07	38,67	38,72
6	17,14	17,14	38,65	38,63
7	17,14	16,91	38,69	38,68
8	17,18	17,12	38,66	38,66
9	17,05	17,03	38,59	38,62
10	17,04	16,58	38,60	38,62
$F_{deneysel}$	0,762		0,967	
F_{kritik}	4,414		4,414	

15

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

Ara Kesinlik Sonuçları

Örnek No	F^- (ppm) Paralel Çalışma No			Cl^- (ppm) Paralel Çalışma No		
	1.gün	2.gün	3.gün	1.gün	2.gün	3.gün
1	2,979	2,966	2,882	131,49	131,36	130,81
2	2,977	2,965	2,890	131,57	131,66	130,96
3	2,995	2,988	2,905	131,89	131,99	131,33
4	2,987	2,976	2,889	131,30	131,61	130,77
5	2,996	2,982	2,895	131,66	132,05	131,04
6	2,991	2,964	2,900	131,50	131,28	131,31
7	3,005	2,996	2,903	131,61	132,04	131,58
8	2,993	2,977	2,901	131,45	131,44	131,63
9	2,997	2,979	2,890	131,44	131,61	131,29
10	2,998	2,981	2,901	131,42	131,66	131,67
$F_{deneysel}$	1,000			1,045		
F_{kritik}	2,393			2,393		

16

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

Ara Kesinlik Sonuçları

Örnek No	NO_3^- (ppm) Paralel Çalışma No			SO_4^{-2} (ppm) Paralel Çalışma No		
	1.gün	2.gün	3.gün	1.gün	2.gün	3.gün
1	17,195	17,066	17,203	38,616	38,732	38,658
2	17,315	17,289	17,225	38,642	38,814	38,717
3	17,430	17,487	17,314	38,759	38,953	38,700
4	17,059	17,236	16,994	38,543	38,828	38,596
5	16,897	17,416	17,097	38,694	38,958	38,672
6	17,139	17,293	17,050	38,641	38,697	38,771
7	17,025	17,479	17,164	38,685	39,059	38,919
8	17,149	17,306	17,078	38,663	38,882	38,928
9	17,040	17,326	16,707	38,609	38,850	38,826
10	16,811	17,327	16,831	38,609	38,878	38,882
$F_{deneysel}$	0,343			0,493		
F_{kritik}	2,393			2,393		

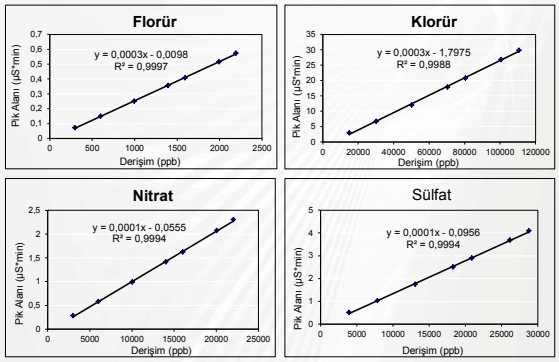
17

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

- Doğrusal Aralık
  - NIST standartları kullanıldı
  - Her bir anyon için 7 farklı kalibrasyon standart hazırlandı
  - Derişimler pik alanlarına karşı grafiğe geçirildi
  - Tüm anyonlar için elde edilen kalibrasyon grafikleri en az 0,999 korelasyon katsayısına sahiptir.

18

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması



Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

- Geri Kazanım
  - ERM-CA015 sertifikalı referans maddesi kullanıldı
  - 3 paralel örnek alındı
  - Uygun oranlarda seyreltildi
  - Örnekler ile birlikte analiz edildi
  - Geri kazanım değerleri aşağıdaki şekilde hesaplandı:

$$\%\ \text{Geri kazanım} = \left(\frac{C_2}{C_1}\right) * 100$$

C_2 = Analiz sonucunda bulunan ortalama değer
C_1 = Sertifika değeri

Analiz Metodunun Geçerli Kılınması

Geri Kazanım Değerleri

CRM	F^- (ppm)	Cl^- (ppm)	NO_3^- (ppm)	SO_4^{-2} (ppm)
1	1,334	242.473	45,065	242,855
2	1,338	250.178	45,603	246,156
3	1,342	252.558	45,010	247,513
Ortalama	1,338	248,403	45,559	245,508
Sertifika Değeri	1,3	247	45	247
% Geri Kazanım	**102,9**	**100,6**	**101,2**	**99,4**

Ölçüm Belirsizliği

ISO 11352

Su Kalitesi - Validasyon ve Kalite Kontrol Verilerine Dayalı Belirsizlik Tahmini

Ölçüm belirsizliğinin temeli

u_{Rw}: Laboratuvar içi tekrar gerçekleştirilebilirlik belirsizlik bileşeni
u_b: Metot ve laboratuvar biasından gelen belirsizlik bileşeni

$$u_c = \sqrt{u_{Rw}^2 + u_b^2}$$

$$U = 2\,u_c$$

Ölçüm Belirsizliği

- Laboratuvar içi tekrar gerçekleştirilebilirlik
  - Tüm analitik prosesi içeren kararlı kalite kontrol (QC) örneği
  - Düzenli olarak laboratuvar içi tekrar gerçekleştirilebilirlik koşullarında analiz
  - QC örneği test örneği ile benzer matriks ve analit derişimi

$$u_{Rw} = s_{Rw}$$

s_{Rw}: QC analizlerinin standart sapması

Ölçüm Belirsizliği

- **Metot ve Laboratuvar bias**
  - **Referans malzemenin analizi yaklaşımı kullanıldı**
  - **Bir adet referans malzeme kullanıldığı için**

$$u_b = \sqrt{b^2 + (s_b/\sqrt{n_M})^2 + u_{C_{ref}}^2}$$

b: Analiz sonucu bulunan ortalama değer ile referans değer arasındaki fark
S_b: Referans malzeme analizlerinin standart sapması
n_M: Referans malzeme ile yapılan analiz sayısı (minimum 6 analiz)
$u_{C_{ref}}$: Referans değerin belirsizliği

Ölçüm Belirsizliği

CRM	F^- (ppm)	Cl^- (ppm)	NO_3^- (ppm)	SO_4^{-2} (ppm)
1	1,31	223,76	43,99	236,88
2	1,30	225,43	44,48	238,34
3	1,32	226,02	44,56	238,77
4	1,34	225,90	44,41	239,09
5	1,37	257,59	45,96	261,42
6	1,34	232,67	45,23	241,88
7	1,37	231,38	46,37	248,40
8	1,34	234,80	45,56	245,51
9	1,34	228,91	44,45	240,52
10	1,33	231,04	44,79	239,59
11	1,29	227,74	44,62	241,41
12	1,38	253,89	46,87	252,24
$u_{Rw_{rel}}$	0,020	0,047	0,020	0,030
$u_{b_{rel}}$	0,048	0,060	0,034	0,021
$u_{c_{rel}}$	0,052	0,076	0,039	0,036
U_{rel}	0,105	0,152	0,079	0,073
U_{rel} (%)	10,45	15,20	7,86	7,28

25



Teşekkürler...



KALİBRASYON (5N+1K)

İbrahim AKDAĞ

1.ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ SEMPOZYUMU VE SERGİSİ
16-18 Mayıs 2013

KALİBRASYON (5N+1K)

İbrahim AKDAĞ

E-Posta: ibrahim@uzmanakreditasyon.com
Web: http: // www.uzmanakreditasyon.com

Konusunda 20+10 yıllık bilgi ve deneyimini sizinle paylaşmak için !

Eğitim İçeriği

- ✓ Metroloji ve Kalibrasyon
- ✓ Kalibrasyon 5N+1 K
- ✓ Kalibrasyon Periyodu
- ✓ Kalibrasyon sertifika bilgileri yorumu
- ✓ Cihaz kalibrasyonu
- ✓ Cihaz Validasyonu-Performans Testleri
- ✓ Analitik kalibrasyon
- ✓ Ara Kontrol

Ölçme Test ve Analiz Sonuçları

Güvenilir olmalı

- ✓Doğru
- ✓Tekrarlanabilir
- ✓Belirlenen amaca uygun kalitede olmalı
- ✓Karşılaştırılabilir olmalı
- ✓Ulusal ve uluslararası boyutta karşılaştırılabilir olmalı

Ölçüm Sonuçları/Karşılaştırılabilirlik

- ✓ Herhangi bir ülkede yapılan bir ölçüm sonucunun diğer bir ülkede *tekrarına* gerek kalmadan *güvenilir* olarak kabul edilmesi gerekmektedir.
- ✓ Bu amacı gerçekleştirmek için kimyasal ölçümlerin *karşılaştırılabilir* olması zorunludur.
- ✓ *Karşılaştırılabilir* ölçüm sonucu ancak yapılan ölçümün ortak bir referansa karşı *izlenebilir* olması ile mümkündür. (Metrolojik Yaklaşım)
- ✓ İzlenebilirlik ölçüm sonuçlarının karşılaştırılabilir olmasını sağlamak için gerekli bir *araçtır.*

İzlenebilirlik

Nedir ?

✓İzlenebilirlik bir ölçüm sonucunun veya bir *standardın değerinin* belirli referanslarla, genellikle ulusal veya uluslar arası standartlarla, tamamının *ölçüm belirsizliği belirlenmiş* olan *kesintisiz* bir karşılaştırmalı bir ölçüm zinciri ile ilişkilendirilebilmesi özelliğidir.

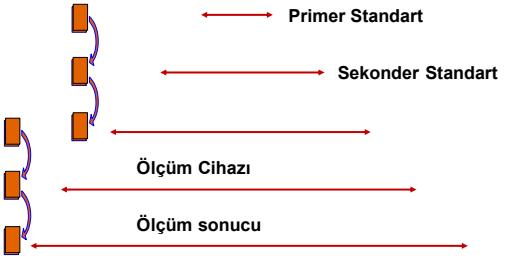
Neden gereklidir ?

✓Farklı yerlerde ve zamanlarda yapılan ölçüm sonuçlarının kalitesini (güvenilirliğini) karşılaştırabilmek için ölçüm sonuçları ortak bir referansa karşı izlenebilir olmalıdır.

Nasıl?

✓Ölçüm cihazı izlenebilir standartla (ulusal/uluslararası) kalibrasyon yaparak

İzlenebilirlik, Nasıl ?



İzlenebilirlik, Nasıl?

Kimyasal Analizlerde İzlenebilirliğin Sağlanması

- ✓ Primer ölçüm metodu kullanarak
- ✓ Saf standartlarla ölçüm sistemini kalibrasyonunu yaparak
- ✓ Sertifikalı referans madde kullanarak ölçüm yaparak
- ✓ Belirlenmiş ve kabul edilmiş bir ölçüm yöntemi uygulayarak

İzlenebilirlik için gerekli referanslar

- ✓ Kalibre edilmiş ölçüm cihazları
- ✓ Referans madde, Sertifikalı referans maddeler
- ✓ Metot validasyonu

7

Kalibrasyon

Kalibrasyon 5N+1K

- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Ne zaman yapılmalıdır?
- ✓ Nasıl yapılmalıdır ?
- ✓ Nerede ?
- ✓ Kim ?

8

Kalibrasyon

Nedir ?

- ✓*Belli koşullarda bir ölçüm cihazının gösterdiği değer ile referansın gösterdiği değer arasındaki ilişkiyi belirlemek için yapılan işlemlerdir.*
- ✓*Kalibrasyon sonucunda ölçüm cihazının gösterdiği değerin referans değerle farkı belirlenir. (sapma-sistematik hata)*
- ✓ *Ölçüm cihazının kalibrasyon belirsizliği belirlenir.*
- ✓Kalibrasyon aslında bir gözlemdir ve ayar işlemi içermez ???

9

Kalibrasyon

Nedir ?

Kalibrasyon, ayar, düzeltme faktörü

- ✓ Kalibrasyon sonucunda ölçüm cihazının gösterdiği değer ile referans değer belirlenir ve karşılaştırılır.
- ✓ Aradaki fark ölçüm cihazının hata sınırları içerisinde ise cihaz doğrudan kullanılabilir.
- ✓ Hata sınırları dışında ise ;
  - ✓ Ölçüm cihazı ayar yapılır
  - ✓ Düzeltme faktörü hesaplanır ve ölçüm sonucu düzeltme faktörü ile düzeltilerek kullanılır.

10

Kalibrasyon

Neden?

- ✓*Bir ölçüm cihazı ile yapılan ölçüm sonucunun doğruluğu ve güvenilirliği, ölçüm cihazının izlenebilir standartlara karşı kalibrasyonunun yapılması ile mümkündür.*
- ✓ *Cihazların kalibrasyon kararlılığı bir çok faktöre bağlı olarak farklılıklar göstermektedir.*
- ✓ *Cihazların kullanım süresi içerisinde zamanla kalibrasyonunda sapmalar olmaktadır.*
- ✓ *Bu nedenle ölçüm cihazları kullanım süresince periyodik olarak yeniden kalibre edilmeleri gerekmektedir.*
- ✓ *Ölçüm cihazlarının ölçüm amacına uygun doğrulukta ölçüm yapması, uygun aralıklarla kalibrasyon yaparak sağlanabilir.*

11

Kalibrasyon

Ne zaman ?

- ✓*Ölçüm cihazlarının ölçüm amacına uygun doğrulukta ölçüm yapması uygun aralıklarla kalibrasyon yaparak sağlanabilir.*

Kalibrasyon periyodu:

- ✓*Cihazın tipine ve modeline (??)*
- ✓*Cihazın kullanım süresine ve sıklığına (??)*
- ✓*Cihazın kararlılığına (??)*
- ✓*Kalibrasyon periyodunu belirlerken en önemli kriter, bir sonraki kalibrasyon yapıldığında cihaz belirlenen sınırlar içinde olmalıdır.*

12

Kalibrasyon

Nasıl ?

- ✓*Kalibrasyon ölçüm koşullarında cihazın izlenebilir referans standartlarla karşılaştırmalı ölçümle yapılır.*

Kalibrasyon için;

- ✓*Kalibrasyon prosedürü olmalıdır*
- ✓*İzlenebilir kalibrasyon standardı olmalıdır,*
- ✓*Kalibrasyon yapan kişi yeterli bilgi ve deneyime sahip olmalıdır,*
- ✓*Uygun kalibrasyon şartları sağlanmalı (!!?)*
- ✓*Kalibrasyon sonuçları belgelendirilmelidir. (kalibrasyon sertifikası düzenlenerek).*

Kalibrasyon

Nerede ?

- ✓*Kalibrasyonu yapılan cihaz kullanım koşullarında kalibre edilmelidir.*
- ✓*Veya kalibrasyon değeri kullanım koşullarında da geçerli olmalıdır.*

Kalibrasyon

Kim ?

- ✓*Kalibrasyon konusunda akredite olmuş kalibrasyon laboratuvarı*
- ✓*Kalibrasyon için yeterli koşulları oluşturan laboratuvar kendi kalibrasyonların ı yapabilir.*
- ✓*Kalibrasyon için yeterli bilgi ve deneyime sahip kişiler tarafından yapılmalıdır.*
- ✓ *Her iki durumda da kalibrasyon yeterli bilgi ve deneyimli kişiler tarafından yapılmalıdır.*

Kalibrasyon

Laboratuvarda Dahili Kalibrasyon Şartları ?

Akredite bir laboratuvarın dahili kalibrasyon için gereli koşullar:

- ✓*1-Kalibrasyon prosedürü-talimatı hazırlamalı*
- ✓*2-Kalibrasyon için gerekli altyapı ve referans standartlara sahip olmalı*
- ✓*3-Kalibrasyon yapacak yeterli bilgi ve deneyimli personel*

(Eğitim gerekebilir, şart değil, yeterli değil, yaptığı kalibrasyonla yeterliliğini kanıtlamalı)

- ✓*4-Kalibasyon sonuçlarını raporlamalı*

Kalibrasyon

Laboratuvarda Kalibrasyonu Gerekli Cihazlar

Test ve Analiz Laboratuvarda kullanılan cihazlar kullanım amacına göre üç ana gruba ayrılır.

1-Ölçüm Cihazları

2-Test cihazları

- ✓ *Test koşullarını sabit tutmak için*
- ✓ *Test sonucunu ölçmek için*

3-Analizde kullanılan cihazlar

- ✓ *Ölçüm cihazları*
- ✓ *Deneysel prosedürde sabit koşulları sağlamak amacıyla kullanılan cihazlar*
- ✓ *Deneysel prosedürde kullanılan cihazlar*

Kalibrasyon

1-Ölçüm Cihazları

Ölçüm prosedüründe belirtilen ölçüm aralığında ve hassasiyetinde olmalı ve mutlaka izlenebilir standartlarla kalibre edilmelidir.

Örnek:

- ✓*Örnek tartımında kullanılan terazi,*
- ✓*Standart çözelti hazırlarken kullanılan balon hacmi*
- ✓*Titrasyonda alına örnek hacmi, titrasyon sarfiyatı*

Kalibrasyon

2-Test Cihazları

Testte sabit test koşullarını sağlamak amacıyla kullanılan cihazlar testte belirtilen şartları sağlayacak şekilde kalibre edilmelidir.

Testte ölçüm amacıyla kullanılıyorsa belirtilen ölçüm aralığında ve hassasiyetinde olmalı ve mutlaka izlenebilir standartlarla kalibre edilmelidir.

Örnek:

- ✓*Dissolüsyon testinde banyo sıcaklığı, devir hızı*
- ✓*Çekme testinde çekme mukavemeti*
- ✓*Mikrobiyolojik testte inkübatör sıcaklığı*

Kalibrasyon

3-Analizde kullanılan Cihazları

- ✓ *Ölçüm cihazları ; belirtilen ölçüm aralığında ve hassasiyetinde olmalı ve mutlaka izlenebilir standartlarla belirlenen periyotlarla kalibre edilmelidir.*
- ✓*Sabit şartları sağlayan cihazlar; Prosedürde belirtine sabit şart kriterine göre kalibre edilmelidir.*
- ✓*Örnek:*
- ✓*Gravimetrik analizde örnek tartımı için kullanılan terazi*
- ✓*Sabit şartları sağlamak için kullanılan etüv*

Kalibrasyon Sertifikası Bilgileri

Kalibrasyonu yapılan cihazla ilgili bilgiler

- ✓ Cihazın Adı
- ✓ Üreticisi tip
- ✓ Seri numarası
- ✓ Cihazın ölçüm aralığı ve hassasiyeti

Kalibrasyonda kullanılan referans standart veya cihazla ilgili bilgiler

- ✓ Referansın adı
- ✓ Kalibrasyon tarihi
- ✓ İzlenebilirliği
- ✓ Belirsizliği

Kalibrasyon

Kalibrasyon sertifikası bilgileri:

- ✓ *Referans standardın değeri*
- ✓ *Cihazın gösterdiği değer*
- ✓ *Sapma (Cihaz değeri-Referans değer)*
- ✓ *Belirsizlik*

Ek bilgiler:

- ✓ *Kalibrasyonda kullanılan referansın izlenebilirliği*
- ✓ *Kalibrasyon ortam koşulları (Sıcaklık, nem ??)*

Nominal Hacim (ml)	Ölçüm Sonucu (ml)	Sapma (ml)
100	99.5	0.5

✓ *Belirsizlik 0.05 ml (k=2)*

Kalibrasyon

Kalibrasyon sertifikası bilgileri:

Kalibrasyon sertifikasında iki tür bilgi bunmaktadır.

1-Doğruluk ile ilgili bilgiler(sapma, hata)

- ✓*Kalibrasyonu yapılan cihazın gösterdiği değerle referansın gösterdiği değer arasındaki ilişki belirlenir.*
- ✓ *Cihazın gösterdiği değerle referansın değeri arasındaki fark cihazın teknik özelliklerinde belirtilen toleransın dışında ise cihaz ayarlanmalıdır.*
- ✓ *Analog cihazlarda bu ayarlama bir ayar vidası yardımı ile yapılmaktadır.*
- ✓ *Dijital ve mikro-prosesörlü cihazlarda genellikle bu ayar kalibrasyon fonksiyonu ile yapılmaktadır.*

Kalibrasyon

Kalibrasyon sertifikası bilgileri:

Kalibrasyon sertifikasında iki tür bilgi bunmaktadır.

2- Belirsizlik Bilgisi (tekrarlanabilirlik)

- ✓*Kalibrasyon belirsizliği, tolerans içinde olan cihazın kalibrasyon belirsizliği hesaplanır.*
- ✓*Kalibrasyon laboratuvarları kalibrasyon sonucu cihazın gösterdiği değerin cihazın tolerans değerleri içinde olup olmadığının kontrolünü yapmamaktadırlar.*
- ✓*Bu değerlendirmeyi cihazı kullanan laboratuvarın yapması gerekmektedir.*

Kalibrasyon

Nedir ? Kalibrasyon, ayar, düzeltme faktörü

✓ Örnek:

Balon kalibrasyon verileri:

Nominal Hacim (ml)	Ölçüm Sonucu (ml)	Sapma (ml)	Tolerans (ml)	Yorum
100	99.5	0.5	0.2	Uygun değil

İletkenlik Ölçüm cihazı kalibrasyon sonucu

Referans değer (us/cm)	Ölçüm Sonucu(us/cm)	Sapma	Tolerans (±)	DF=1014/1050=0.97
1014	1050	36	5	Uygun değil

Kalibrasyon

Nedir ? Kalibrasyon, ayar, düzeltme faktörü

✓ Örnek:

Mikropipet kalibrasyon verileri

100-1000 ul dijital pipet

Nominal Hacim (ul)	Ölçüm Sonucu (ul)	Sapma (ul)	Firma Tolerans (Accu %)
100	111	+11	6
500	508	+8	4
1000	996	-4	3
Belirsizlik	±0.13 ul		

Analiz Cihazları Kalibrasyonu

- ✓ *Cihaz kalibrasyonu:* Ölçüm cihazının fiziksel parametrelerinin kalibrasyonu (örneğin dalga boyu, absorbans, akış hızı gibi)

  (Direct calibratio-*Fiziksel kalibrasyon)*
- ✓ *Analitik kalibrasyon:* Analiz edilen kimyasal madde konsantrasyonu ile ölçüm cihazından elde edilen sinyal arasındaki bağıntıyı belirleme işlemi

  (Indirect Calibration- Proses *kalibrasyonu-Kimyasal kalibrasyon)*

UV Spektrofotometre Dalga Boyu Kalibrasyonu

Cihaz	UVSpectrophotometer			
Cihaz seri No	52413			
Kalibrasyon tarihi	12.12.2001			
Sıcaklık	24			
Kalibrasyonu Yapan				
Band Genişliği	2 nm			
Filtre Cinsi	Holium Oksi Seri No:		4587986A	
Filtre Dalga Boyu(nm)	Ölçülen Dalga Boyu(nm)	Dalga Boyu Tolerans(nm)	fark(nm)	Sonuç
279.3	279.1	0.3	0.2	KABUL
287.4	287.2	0.3	0.2	KABUL
360.9	360.7	0.3	0.2	KABUL
418.7	418.5	0.3	0.2	KABUL
453.2	453.1	0.3	0.1	KABUL
536.2	536.1	0.3	0.1	KABUL
656.1	655.9	0.3	0.2	KABUL

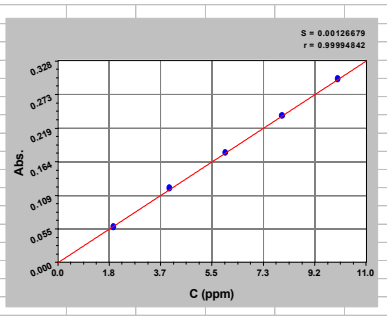
UV Analitik Kalibrasyon

Normal Kalibrasyon

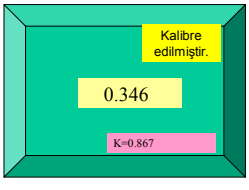
C(ppm)	Abs.
0	0.000
2	0.058
4	0.121
6	0.178
8	0.238
10	0.298

Örnek	0.162
Cör(ppm)	5.4

Linear Fit:	y=a+bx
Coefficient Data:	
a =	-0.00024
b =	0.029814



Fiziksel Ölçme ve Kalibrasyon





Referans: 0.300

Ölçüm Cihazı

Kalibrasyon= Karşılaştırma f(cihaz)=k*Standart

Kalibrasyon= Karşılaştırma k=0.300/0.346=0.667

Analiz Cihazları Validasyonu ve Kalibrasyonu

(validasyon-doğrulama-performans testleri)

Cihaz Validasyonu 5N+1K

- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Ne zaman yapılmalıdır?
- ✓ Nasıl yapılmalıdır ?
- ✓ Nerede ?
- ✓ Kim ?

Cihaz Validasyonu 5N+1K

- ✓*Teknik Özellikler (Specification Qualification(SQ)*
- ✓*Montaj (Installation Qualification (IQ)*
- ✓*Çalışma –fonksiyon test (Operational Qualification (OQ)*
- ✓*Performans Testleri (Performance Qualification (PQ)*
- ✓*Bakım testleri (MQ)*
- ✓*SQ—IQ---OQ---PQ---MQ---PQ……. MQ—PQ……*

Validasyon /Kualifikasyon

- ✓ *Validasyon b*ir cihazın veya sistemin belirlenen spesifik koşulları yerine getirdiğinin test edilerek onaylanmasıdır.
- ✓ *Verifikasyon (Doğrulama) B*ir cihazın veya sistemin belirli koşulları yerine getirdiğinin doğrulanması (test içermez).
- ✓ *Kalifikasyon* ise validasyon sürecinin belli bir bölümünü oluşturan kısmının performansını ölçmek için yapılan testlerdir.
- ✓ *Ara Kontrol (Doğrulama) :* Cihazın kalibrasyon durumunu kontrol etmek için standart kullanılarak yapılan ölçüm işlemi .
- ✓ Standart için ölçülen değer belirlenmiş aralığın dışına çıkmışsa kalibrasyon yenilenir.

Kimyasal analizlerde analitik cihazının işlevi

Analitik Cihazın Performans Özellikleri

- ✓ Tekrarlanabilirlik
- ✓ Hassasiyet
- ✓ Spesifiklik
- ✓ Ölçüm Aralığı (Lineer Aralık)

PQ: Performans Kualifikasyon FAAS (hava -Asetilen)

- ✓ Cu elementi ile yapılır
  - ✓ Alev atomizasyon performans testi
  - ✓ Analitik hassasiyet testi
  - ✓ Analitik kesinlik testi

Spesifikasyon: 5 ppm Cu için
-Sensitivity (Abs) >0.750
-Precision (%) <0.5 olmalıdır.

AAS Alev sistem performansı

Ölçüm	Cu(5 ppm)
1	0.760
2	0.765
3	0.758
4	0.760
5	0.758
6	0.762
7	0.765
8	0.762
9	0.763
10	0.764
Ortalama	0.762
%RSD	0.34
Spesifikasyon	
Absorbans	>0.750
%RSD	<0.50

Kalibrasyon

Ne zaman ?

✓*Ölçüm cihazlarının ölçüm amacına uygun doğrulukta ölçüm yapması uygun aralıklarla kalibrasyon yaparak sağlanabilir.*

Kalibrasyon periyodu:

✓*Cihazın tipine ve modeline (??)*

✓*Cihazın kullanım süresine ve sıklığına (??)*

✓*Cihazın kararlılığına (??)*

✓*Kalibrasyon periyodunu belirlerken en önemli kriter, bir sonraki kalibrasyon yapıldığında cihaz belirlenen sınırlar içinde olmalıdır.*

Kalibrasyon Kontrolü (Ara Kontrol)

- ✓ Belirlenmiş kalibrasyon periyodu içerisinde kalibrasyonun geçerli olduğunu kanıtlamak için yapılan ölçme işlemi
- ✓ Ara kontrol kriteri (gerçek değerden sapma miktarı) belirlenir
- ✓ Ara kontrol periyodu belirlenir
- ✓ Ara kontrol için kullanılacak standart belirlenir

Kalibrasyon Kontrolü (Ara Kontrol)

- ✓ Ara kontrol kriteri (gerçek değerden sapma miktarı) belirlenir
- ✓ Gerçek değerden sapma miktarının ölçülen-raporlanan sonuca gelecek hata-belirsizlik miktarına göre belirlenir.
- ✓ Kullanılan cihazın tekrarlanabilirliğinden yararlanılarak belirlenir.
- ✓ Tekrarlanabilirlik standart sapmanın 2 veya 3 katı (2SD, 3SD) sapma miktarı olarak belirlenir.

Kalibrasyon ve Ara Kontrol

Ara kontrol periyodu

- ✓ Ara kontrol yapıldığında % 95 olasılıkla belirlenen kontrol limitleri içerisinde kalacak bir periyot belirlenir.
- ✓ Cihazın kararlılığına göre belli bir süre ara kontroller yapıldıktan sonra belirlenebilir.
- ✓ Başlangıçta daha sık bir kontrol periyodu belirlenir.
- ✓ Daha sonra elde edilen sonuçlara göre kontrol periyodu artırılabilir.



SERTİFİKALI REFERANS MALZEME ÜRETİMİ VE KULLANIMI

Dr. T. Erinç Engin

Sertifikalı Referans Malzeme Üretimi ve Kullanımı



*Dr. T. Erinç Engin
*TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME)

YTÜ Davutpaşa Kampüsü,
17.05.2013

1

İçerik

- RM ve CRM tanımları, farklılıkları, kullanım alanları
- ISO 17025, ISO Guide 34 ilişkilendirmeleri
- Proje planlaması
- Homojenlik
- Kararlılık
- Karakterizasyon
- İzlenebilirlik

2

RM&CRM

- **Referans Malzeme (RM) nominal özelliklerin ölçümü** veya kontrolünde kullanım amacına uygun olarak oluşturulan, belirli özelliklere göre kararlı ve yeterince homojen malzeme*

(VIM 3, ISO/IEC Rehberi 99:2007)

Not 5 Bazı referans malzemeler, bir birimler sistemi dışında bir ölçüm birimine metrolojik izlenebilirliğin kurulduğu [illegible] kontrol [illegible] tarafından Uluslararası Ölçümler Ağı standardı gibi [illegible] kalibrasyon veya ölçüm gerçekliğinin kontrolünde kullanılabilir.

VIM 3, ISO/IEC Rehberi 99:2007, ISO Guide 35 (2006)

RM&CRM

- **Sertifikalı Referans Malzeme** (CRM) geçerli prosedürler kullanılarak ilgili belirsizlik değerleri ve izlenebilirlikleriyle beraber bir veya daha fazla belirli özellik değerlerini sağlayan ve yetkili bir kurum tarafından belgelendirilmiş **referans malzeme***

(VIM 3, ISO/IEC Rehberi 99:2007)

Not 3 Belirsizlik [illegible] metrolojik [illegible] özünde ait olabilir. Bu tip bir belirsizlik olasılık olarak yorumlanır.

VIM 3, ISO/IEC Rehberi 99:2007, ISO Guide 35 (2006)

RM&CRM

Sertifikalandırılmamış RM'ler		Sertifikalı RM'ler
− homojen altörnekler − uygun kararlılık	Malzeme özellikleri	− homojen altörnekler − uygun kararlılık
	ek gözlemler	metrolojik olarak geçerli özellik değerlerinin saptanması
• homojenlik ve kararlılık üzerine beyanlar	beraberindeki bilgi	• özellik değerlerinin yeterli bir referans sistemine izlenebilirliği • ölçüm belirsizliği • homojenlik ve kararlılık beyanları • kullanım amacı
➢ metot veya labların performans kontrolleri (kesinlik, tutarlılık) (iç & dış) ➢ metot geliştirme	ana uygulamalar	➢ kalibrasyon ➢ gerçeklik kontrolü ➢ tam metot geçerli kılma ➢ tüm KG/KK ölçümleri

5

RM Kullanım Alanları

- **Metot geliştirme**
- **Metodu geçerli kılma**
  - **gerçeklik değerlendirmesi**
  - **belirsizlik tahminleri**
- **Kalibrasyon**
- **Metot performans göstergesi**
  - **lab-iç kalite kontrol ('çizelgeleri')**
  - **operatör veya cihaz uygunluğu**
- **Yeterlik testleri**
  - **yeterliğin eğitimi ve doğrulanması (dış kıyaslama)**

6

ISO Guide 34, ISO 17025

Genel Yönetimsel Şartlar (4.1-4.15)

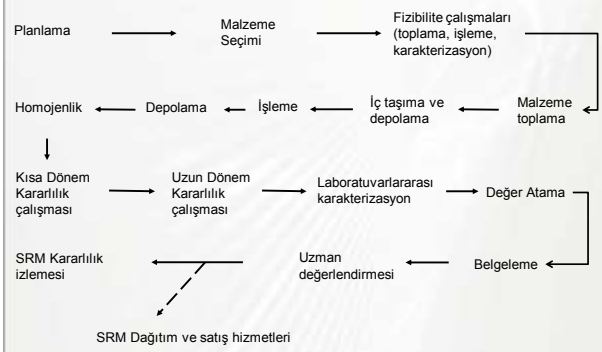
ISO Guide 34 & ISO 17025
eğitim, denetim, müşteri şikayetleri, organizasyon tanımı, iş tanımları, vs..

Özel teknik şartlar (5.1-5.18)

SRM proje planlaması (5.4)
Malzeme işleme (5.8)
Homojenlik testi (5.13)
Kararlılık testi (5.14)
Karakterizasyon (5.15)
Sertifikasyon sonrası izleme (5.14)

7

SRM Üretim Şeması



Planlama

Proje planı ISO Guide 34 5.1-5.18 maddelerinin tamamını içermek durumundadır.

Proje planı [illegible] konusunda gerçekçi hedefler koymalıdır.



Homojenlik

Homojenlik testi

Referans malzeme tüm kullanıcılar aynısını aldığı sürece kullanışlıdır !

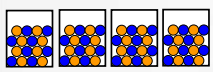
Çözümler:

- aynı malzemeyi bir kullanıcıdan alıp diğerine göndermek
- benzer birçok malzemeyi kullanıcılara göndermek

» **homojenlik**

10

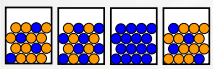
Homojenlik



Şişe içi heterojenlik: kullanıcı tarafından fazla miktar alınarak engellenebilir.

çalışma: minimum numune alımı

SRM belirsizliğinin bir parçası değildir!



Şişeler arası heterojenlik: kullanıcı hiçbir şey yapamaz

çalışma: şişelerarası değişimin hesaplanması (u_{bb})

11

Homojenlik

- Tüm sertifikalandırılmış parametreler için değerlendirilmeli
- Özel bir çalışma ile değerlendirmesi yapılmalı
- Ölçülen büyüklük diğer çalışmalardakilerle (karakterizasyon, kararlılık vs.) aynı olmalı
- Doğru bir planlama çok önemli (şişe/tekrar sayısı, analitik eğilimlerden kaçınılmalı, tekrarlanabilirliklerin küçük olması vs.)
- Ölçümlerin kontrolü (şişelerin ve ölçümlerin rastgele yapılmasına önem verilmesi; tekrarlanabilirlik koşulları)
- Homojenlikten gelen belirsizliğin hesaplanması
- SRM'nin toplam belirsizliğine katkısı !

12

Kararlılık

Kararlılık testi

Referans malzeme tüm kullanıcılar aynısını aldığı sürece kullanışlıdır !

Çözümler:

• aynı malzemeyi bir kullanıcıdan alıp diğerine göndermek

• benzer birçok malzemeyi kullanıcılara göndermek

» **gönderim sırasındaki kararlılık**

» **üretimden kullanıma kararlılık**

13

Kararlılık

» **gönderim sırasındaki kararlılık (KDK)**

» **üretimden kullanıma kararlılık (UDK)**

❑ **Kısa dönem kararlılık (KDK)**

Malzemenin müşteriye teslim edilene kadar geçen sürenin kararlılık değerlendirmesi

❑ **Uzun dönem kararlılık (UDK)**

Malzemenin normal depolama koşullarındaki kararlılık değerlendirmesi

Malzemenin raf ömrünü belirlemekte kullanılır

❑ **Sertifikasyon sonrası izleme**

Malzemenin piyasaya sürüldükten sonraki kararlılık onayı

14

Karakterizasyon

Karakterizasyon: sertifikalandırılmış değerleri bulma işlemi

Laboratuvar: bir set sonucu sağlayan kuruluş

Bağımsız sonuçlar: aynı ölçüm protokolü, ayrı altörnekler, ayrı numune hazırlama, ayrı kalibrasyonlar

Karakterizasyon Çalışması

Hedef:

Malzemenin bir parti üretiminde gerçek değere en yakın değer tahminini (hedeflenen izlenebilirlik içerisinde) elde etmek

Çıktı:

O partinin belirsizliğiyle ortalama değerini elde etmek

15

İzlenebilirlik

Sonuçların karşılaştırması:

» Farklı yerlerde

» Farklı zamanlarda

ISO/IEC Guide 99 (VIM3), definition 2.41

property of a measurement result whereby the result can be related to a reference through a documented unbroken chain of calibrations, each contributing to the measurement uncertainty

16

Veritabanları, www

COMAR	*www.comar.bam.de*
IRMM	*www.irmm.jrc.be*
BAM	*www.bam.de*
NIST	*www.nist.gov*
LGC	*www.lgcstandards.com*
ERM	*www.erm-crm.org*
VIRM	*www.virm.net*
diğerleri	…

17



Teşekkürler...



ÖLÇÜM SONUÇLARININ DEĞERLENDİRMESİNDE KURALLAR

Derya TURGAY

ÖLÇÜM SONUÇLARININ DEĞERLENDİRMESİNDE KURALLAR

Derya TURGAY
TURKLAB Genel Başkan Yardımcısı
Kalibrasyon Komitesi Temsilcisi

Yıldız Teknik Üniversitesi
Davutpaşa Kampüsü / İstanbul

Bir ölçüm sonucunun değerlendirilebilmesi için 3 veri lazımdır. Bunlar **Tolerans**, **Sapma** ve **Ölçüm Belirsizliği**

Toleranslar teknik nedenlere, malzeme özelliklerine, müşteri isteklerine veya yasal kurallara bağlı olarak belirlenir.
Ölçüm sonucu elde edilen değerin içinde kalması istenen değer aralığıdır. Bu aralık en büyük ve en küçük sınır değerlerle tanımlanır.

Sapma ölçüm sonuç değerinin nominal değerden farkını ifade eder.
Nominal değer için örnekler: Bir hacim kabı üzerine işaretlenmiş 1000 ml nominal büyüklük değeri. Bir standart direnç üzerine işaretlenmiş 100 Ω nominal büyüklük değeri

Ölçüm Belirsizliği: Bir ölçüm veya deney sonucu ile birlikte verilen, ölçülen büyüklüğün (belli bir olasılık oranıyla) içinde bulunduğu kabul edilen aralıktır.

Kalibrasyon ve Deney Laboratuvarları için, ölçüm belirsizliğinde rehber olarak kullanılacak doküman EA 4/02 dir.
Sertifikalarda İngilizce Uncertainty kelimesinin baş harfi kullanılarak, *U* olarak gösterilir.

Bir şartnameye uygunluk beyanı yapıldığında, müşteri genişletilmiş belirsizlik için hangi güvenirlik seviyesinin (kapsam olasılığı) kullanılmış olduğunu açıkça görebilmelidir. EA 4/02' uygun ve genel olarak, güvenirlik seviyesi %95 olacaktır.

Örnek:
Tartı değeri: 100,01 g,
U: ± 0,02 g (k= 2, %95 güvenirlik seviyesi)

%95 güvenirlik seviyesi ifadesi, ölçüm tekrar şartlarında 100 kez yapılırsa, bulunan sonuç değerlerin 95 tanesinin verilen limit değerler arasında çıkacağını gösterir.
Tartı değeri örneğinde 95 değer 99,99….100,03 g aralığı içinde kalacak, 5 değer bu aralığın dışında çıkabilecektir.

Eskiden Ölçüm Belirsizliği Pek Yoktu !

Bundan 15-20 sene öncesine kadar ölçüm belirsizliği diye bir kavram pek konuşulmazdı. Ölçümler yapılır, sonuçlar yazılır, ona göre değerlendirme yapılırdı. O zamanlar imalat toleransları günümüzdekilerden genişti.



Büyük kentlerde Amerikan arabalarından bozma dolmuşlar çalışıyor, bu araçlarda mekanik sesler içinde yolculuk yapıyor, kapılarını zor açıp kapatabiliyorduk.



Günümüzün araçlarında ses duymaz olduk. Artık hafif bir tıkırtı olursa, acaba bir şey mi oldu diye servise götürmeyi düşünüyoruz.

O günden bugüne ne değişti ?

Üretim tezgahlarında bilgi işlem teknolojilerinin (CNC) kullanımı, daha dar toleranslarda parça işlemeye olanak sağlamıştır.





Daha iyi eşleşen parçalarla, daha kaliteli ürünler ortaya çıkmaktadır. Otomobil buna güzel bir örnektir.

Eskiden dışarıdan parça alan firmaların Giriş Kalite Kontrol birimleri vardı.



İthal gelen malzemelerin genelde tip kontrolleri yapılır, yan sanayiden gelen parçalar ise örnekleme alınmak suretiyle ölçülür veya test edilirdi.

Günümüzde üretim büyük ölçekli işletmelere kaymış, seri üretime geçilmiş, günlük tek tük adetlerden, yüzlerce adetlere geçilmiştir.





Globalleşen ekonomide, rekabetin arttığı şartlarda, tam zamanında (Just In Time) vb. üretim teknikleri kullanılarak, yan sanayiden gelen parçalar hızlı bir şekilde montaj bantlarına akıtılmaya başlamıştır. Maliyeti nedeniyle depolamadan kaçınılmakta, hızlı üretim ve zamanında sevkiyat amaç olmaktadır. Süreçleri bu şekilde olan firmalar giriş kalite kontrol birimlerini kapatmış, bu birimlerde yapılan ölçüm ve testlerini sevkiyatçı firmalarına kaydırmışlardır.



Ana firmalar yan sanayilerinden gelen parçaların montaj bantlarında doğru eşleşmeleri için (ne sıkı, ne boşluklu) bunlara sıkı kalite kontrol şartları getirmişler, sıfır hatalı parça talebiyle, parçaların ölçme belirsizliği dahil olarak tolerans içinde olmalarını şart koşmaktadırlar.

Ölçme Belirsizliğine Günlük Hayatımızdan Örnekler



Trafikte hız sınırını aşımıda %10 luk bir istisna vardır. Bunun üzerine çıkıldığında ceza alınmaktadır.

Burada hız ölçümünün yaklaşık belirsizliği olan %10 sürücü lehine kullanılmaktadır.

Cihaza üfleme yöntemiyle alkol ölçümünün belirsizliği eski cihazlarda yaklaşık %10 kabul ediliyordu. Günümüzün cihazlarında çözünürlüğün artması kalibrasyonların daha düzenli yapılması belirsizliği küçültmüştür. Ancak ne eskiden, ne şimdi belirsizlik payı sürücü lehine kullanılmamakta, yasal sınır 1 birim (%0,02) bile aşılmışsa standart cezai işlem uygulanmaktadır.



Altta bir tıbbi tahlil raporundan alıntı görülmekte.

Bunlarda ölçüm değerlerinin belirsizliklerinin verilmemesi çok yaygındır.

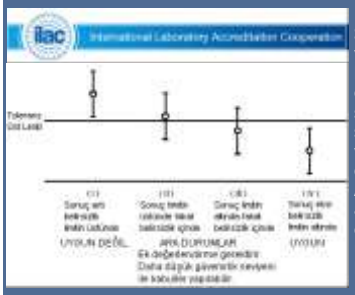
Sınır değerlerin belirlenmesinde ölçme belirsizliğinin dikkate alındığına dair bir açıklama da yer almamaktadır.

Total Testosteron	2.33	ng/ml
ERKEK (Erişkin)		2.45 - 11.1
< 1 yaş		0.12 - 0.21
1-6 yaş		0.03 - 0.32
7-12 yaş		0.03 - 0.68
13-17 yaş		0.28 - 11
KADIN		0.06 - 0.82

Laboratuvarlar İçin Ölçüm Sonuçlarının Değerlendirilmesinde Kullanılabilecek Kaynak Dokümanlar

- ILAC-G8 Şartnameye Uygunluğun Bildirilmesine İlişkin Kılavuz
- TS EN ISO 14253-1 Özelliklere Uygunluğun veya Uygunsuzluğun Kanıtlanmasına Dair Kesin Kurallar
- TS EN ISO/IEC 17025 - Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliği İçin Genel Şartlar

"ILAC-G8 Şartnameye Uygunluğun Bildirilmesine İlişkin Kılavuz" da ele alındığı şekliyle:



Şemada ölçüm noktalarından yukarı ve aşağı çizgiler ölçüm belirsizliği değerini ifade etmektedir. %95 güvenirlik seviyesi kullanıldığında, ölçüm sonucu uygunluk kararı verebilmek şemada en sağdaki durumun olması gerekmektedir. Ara durumlarda, %95 den daha az güvenirlik seviyesinin kabul edilebilir olmasına göre uygunluk veya uygunsuzluk kararları verilebilir.

ISO International Organization for Standardization

"TS EN ISO 14253-1 Özelliklere Uygunluğun veya Uygunsuzluğun Kanıtlanmasına Dair Kesin Kurallar" standardına göre 3 tip bölge vardır:



Şekilde görüleceği üzere ölçme belirsizliği dikkate alınmadığında kırmızı bölgeler arasında olan kabul aralığı, belirsizlik dikkate alındığında belirsizlik kadar daralmaktadır. Uygunluk değerlendirmesinin kalan aralıkta yapılması şart koşulmaktadır.


TÜRK STANDARDI
TÜRKISH STANDARD

TS EN ISO/IEC 17025

Kalibrasyon ve Deney Laboratuvarlarının akreditasyon standardı olan TS EN ISO/IEC 17025' dokümanının kalibrasyon sertifikaları maddesinde konuyla ilgili şu cümle yer almaktadır:

"**Uygunlukla ilgili ifadeler belirtildiğinde, ölçümlerin belirsizliği dikkate alınmalıdır.**"

Sonuç ve Değerlendirme

Kalibrasyon raporlarında uygunluk beyanı yapılırken, ölçüm belirsizliği her zaman dikkate alınmalıdır.

Bu deneyler için de geçerli olmakla birlikte, ILAC G8 de deney raporunda ölçüm belirsizliğinin yazılmaması ile ilgili istisna durum şöyle açılanmıştır:

"Deneylerde, bir şartname veya belgelenmiş bir uygulama kodu, deney raporunda şartnameye uygunluk beyanının ölçüm belirsizliği göz önünde bulundurulmaksızın belirtilmesini gerekli kılabilir. Bu durumda, şartnamede genellikle mutabakatla belirlenmiş olan ölçüm metodunun belirsizliğinin (deney sırasında kullanılan aletler için önceden tanımlanmış sınıflardan dolayı) değişkenlik göstermediğine dair üstü kapalı bir varsayım vardır. Limitlerin belirlenmesinde, ölçüm belirsizliğinin göz önünde bulundurulmuş olduğu, standartta veya şartnamede açıkça ifade edilmelidir."



Teşekkürlerimle ...

LABORATUVALARDA İŞ SAĞLIĞI ve GÜVENLİĞİ

Huriye Kumral
Kimya Y. Mühendisi

LABORATUVALARDA İŞ SAĞLIĞI ve GÜVENLİĞİ



Huriye Kumral
Kimya Y. Mühendisi
A sınıfı İş Güvenliği Uzmanı

Laboratuvar

- Laboratuvar, bilimsel araştırmaların, deneylerin ve ölçümlerin kontrollü bir şekilde yapılmasına olanak veren tesis olarak tanımlanmaktadır.





Ülkemizde Bilinen İlk Laboratuvar

- 1827 yılında açılan Tıphane-i Âmire içinde 1839-1844 yılları arasında kimya dersleri veren Mehmet Emin Derviş Paşa'nın derslerde gösteri amaçlı deneyler yaptığına ilişkin bilgi ve fotoğraf bulunmaktadır.(Ülkemizde bilinen ilk laboratuvar)
- 1841-42 dönemine ait raporda "Kimya Muallimi" olan Derviş Efendinin bir "kimyahane" kurulmasını istediği yazılıdır. 1844 de kimyahane (kemikahane) binası inşa edilmiştir.

İlk Özel Laboratuvar

- Önceleri ücretsiz olarak dışarıya tahlil yapan Tıbbiye kimyahanesi 1870 yılına ait belgelere göre bu işi paralı yapmaya başlamıştır.
- Ayrıca resmi kuruluş olarak Gümrük Kimyahanesi de analizler yapmaktadır.
- İlk özel laboratuvar 1891 yılında İstanbul Beyoğlu'nda açılmıştır (sahibi J. Zanni'dir).



Haydarpaşa'daki Mekteb-i Tıbbiye-i Şahane'nin Kimya-yı Uzvi (organik kimya) Laboratuvarı

(1909 ya da 1910)

Ülkemizde Laboratuvar Çalışmaları

- Cumhuriyet döneminde temel laboratuvar hizmetlerinin yürütülmesini sağlamak amacı ile kurulan ilk kuruluş 27.05.1928 tarihinde 1267 sayılı kanun ile kurulan Türkiye Cumhuriyeti Merkez Hıfzıssıhha Müessesesidir.
- 1942 yılında T.C Refik Saydam Merkez Hıfzıssıhha Müessesi adını alarak her türlü laboratuvar hizmeti konusunda Türkiye'deki çalışmalara öncülük etmiştir

Laboratuvar Güvenliği

- Laboratuvar güvenliği, çalışan kişinin, çevrenin ve çalışma materyalinin korunması amacıyla; çalışma sırasında belirli laboratuvar kurallarına uyulması, laboratuvar alt yapı, tasarım, donanım, uygulama ve tekniklerinden en uygun şekilde yararlanılması olarak tanımlanabilir.



Laboratuvar Çalışmalarında Karşılaşılan Sağlık ve Güvenlik Sorunları

- Enfeksiyon,
- Yanma,
- Kesilme
- Patlama
- Zehirlenme
- Alerji



- Göze zarar verilmesi
- Ayakta çalışmanın ve oturarak çalışmanın getirdiği sürekli tekrarlanan hareketlerin yaratığı kas ve iskelet sistemi rahatsızlıkları çalışanların başına gelebilecek olaylardan bazılarıdır.

Türkiye'de Laboratuvar Kazaları ve Meslek Hastalıkları

- **NEDEN BİLMİYORUZ?**
- Laboratuvar çalışmaları kamunun bir parçası olarak yürütülmesi
- 1475 ve 4857 sayılı iş yasaların kapsamının sınırlı olması
- Bu alanda üniversiteler ve diğer kurumlar tarafından yeterli çalışma yapılmaması
- İş Güvenliği kültürünün gelişmemiş olması.



İnönü Üniversitesi Malatya Devlet Hastanesi Laboratuvarında Yapılan Araştırma

- 2006 yılında Malatya Devlet Hastanesinde **" Biyokimya Laboratuvarı Çalışanlarının İş Kazaları Hakkında Bilgi ve Tutumları"** ile ilgili bir araştırma yapılmıştır.

Araştırmada, Malatya Devlet Hastanesi Biyokimya Laboratuvarı çalışanlarının kesici ve delici aletlerle yaralanma biçiminde kaza sıklığı ve sonrasında tutumlarını öğrenmek için anket uygulanmıştır.

Araştırma Sonucu

- Ankete katılan 41 personelden 12'sinin son bir yılda toplam 15 kez kazaya uğradığı, bu vakaların yarısının temas sonrasında bildirimde bulunduğu ve yalnızca 3 kişiye tedavi uygulandığı saptanmıştır.
- Sonuç: Ön korunma ve eğitim gereksinimi olarak ifade edilmiştir.



A.B.D Laboratuvar Kazaları İstatistik

- A.B.D İş bürosu 2008 yılı İstatistikleri (Bureau of Labor Statistics) laboratuvarlarda en çok rastlanılan iş kazalarını aşağıdaki gibi açıklamıştır:
- Düşmeler (26.230)
- Adale zorlanması, burkulması ve çekilmesi (24.540)
- Kol ve bacağın aşırı gerilmesi (22.850)
- Bir cisime çarpmak (10.950)
- Bir cisime yakalanmak veya cismin baskısı altında kalmak (7.280)

Okul Laboratuvarları Kazaları

- Yine A.B.D 'da okul laboratuvarları (toplam 464 okul) kazalarına yönelik yapılan bir araştırmada:
- 296 okulda kaza olmadığı
- 168 okulda toplam 554 kaza olduğu raporlanmıştır. Kazaların cam malzemeyle çalışma sonucu kesilmeler olduğu ve kazaların dikkatsizlik nedeni ile meydana geldiği açıklanmıştır.
- Türkiye 'de okullarda civa zehirlenmeleri vakalarına rastlanmaktadır.



Eğitimsizlik

- Gazi Üniversitesi tarafından yapılan bir araştırmada, mikrobiyoloji laboratuvarlarında kaza sonucu enfeksiyon oluşmasında en büyük etken, çalışanların konuyla ilgili bilgili olmaması, dikkatsizlik ve tedbirsizlik olarak ifade edilmiştir.



Üniversite Laboratuvarında Kaza

- Uludağ Üniversitesi Gıda Mühendisliği laboratuvarında yüksek lisans öğrenimi gören bir öğrenci, yağ analizi yaptığı sırada elindeki hekzan tüpünün düşürmesi sonucu meydana gelen kazada yanmış ve tedavi için yoğun bakım ünitesine kaldırılmıştır.
- Bu kazanın meydana gelme nedenleri arasında da eğitim eksikliği, tedbirsizlik gösterilmektedir.



Kazaların Önlenmesi Neden Önemli?

- Kazların önlenmesi iş sağlığı ve güvenliği konusudur.

1-İnsani değerler

2-Kaza maliyetleri

3-Yasal nedenler

İş Sağlığı ve Güvenliği Kanunu

- Laboratuvar kazalarının önlenmesi için 30 Haziran 2012 tarihinde yürürlüğe giren 6331 sayılı İş Sağlığı ve Güvenliği Kanunu büyük bir fırsat olarak görülmelidir.



İş Sağlığı ve Güvenliği Kanunu

- Türkiye 'nin ilk İş Sağlığı ve Güvenliği Kanunu
- Kapsam:

  Özel ve kamu sektörü

  Tüm Çalışanlar

LABORATUVAR TEHLİKE SINIFI

- 71.20 Teknik test ve analiz faaliyetleri
- Tehlikeli veya çok tehlikeli sınıfta yer almaktadır.

71.20.07	Bileşim ve saflık konularında teknik test ve analiz faaliyetleri (atık, yakıt, metal, mineral ve kimyasallar gibi maddelerin biyolojik ve kimyasal özellikleri ile mikrobiyoloji, biyokimya vb. ilgili alanlarda test ve analiz faaliyetleri)	Tehlikeli

6331 sy. İş Sağlığı ve Güvenliği Kanun'unun Getirdiği Yenilikler

- İş Güvenliği Uzmanı ve İşyeri hekimi çalıştırma zorunluluğu
- Madde 6
- (Bünyelerinde bulundurarak veya dışarıdan hizmet alarak)



6331 sy. İş Sağlığı ve Güvenliği Kanun'unun Getirdiği Yenilikler

- İşverenin yükümlülükleri detaylandırılmıştır:
- Önlem alma, talimat verme, denetleme(Madde 4)
- Risk Değerlendirme, risk kontrolü, ölçüm ve araştırma(Madde 4,10)
- Acil durum planları, yangınla mücadele ve ilk yardım(Madde 11)
- Tahliye(Madde 12)
- İş ve meslek hastalıkları kayıt ve bildirim(Madde 14)

6331 sy. İş Sağlığı ve Güvenliği Kanun'unun Getirdiği Yenilikler

- Sağlık gözetimi (Madde 15)
- Çalışanların bilgilendirilmesi (Madde 16)
- Çalışanların eğitimi (Madde 17)
- Çalışanların görüşlerinin alınması ve katılımın sağlanması (Madde 18)

6331 sy. İş Sağlığı ve Güvenliği Kanun'unun Getirdiği Yenilikler

- Risk Değerlendirmenin Önemi
- 4. Madde: İşveren risk değerlendirmesi yapar ve yaptırır.
- 10. Madde: : İşveren iş sağlığı ve güvenliği yönünden risk değerlendirmesi yapmak ve yaptırmak zorundadır.

İŞ Sağlığı ve Güvenliği Eğitimleri

- Çalışanların İş Sağlığı ve Güvenliği Eğitimlerinin Usul ve Esasları Hakkında Yönetmelik
- (15 Mayıs 2013-28648)
- İşveren İSG eğitimlerinin yapılmasını sağlar (Madde 6)
- a) Çok tehlikeli sınıfta yer alan işyerlerinde yılda en az bir defa.
- b) Tehlikeli sınıfta yer alan işyerlerinde iki yılda en az bir defa.

İŞ Sağlığı ve Güvenliği Eğitimleri

- Çalışanların İş Sağlığı ve Güvenliği Eğitimlerinin Usul ve Esasları Hakkında Yönetmelik
- Eğitim süreleri (Madde 11)Belirlenen periyotlarda:
- b) Tehlikeli işyerleri için en az on iki saat,
- c) Çok tehlikeli işyerleri için en az on altı saat

6331 sy. İş Sağlığı ve Güvenliği Kanun'unun Getirdiği Yenilikler

- Çalışanların Sorumluluğu
- **MADDE 19 –** (1) Çalışanlar, iş sağlığı ve güvenliği ile ilgili aldıkları eğitim ve işverenin bu konudaki talimatları doğrultusunda, kendilerinin ve hareketlerinden veya yaptıkları işten etkilenen diğer çalışanların sağlık ve güvenliklerini tehlikeye düşürmemekle yükümlüdür.

6331 sy. İş Sağlığı ve Güvenliği Kanun'unun Getirdiği Yenilikler

- Talimatlara uymak
- İşyeri ekipmanını düzgün kullanmak
- Kişisel koruyucu donanımı doğru kullanmak
- Tehlikeli durumları çalışan temsilcisine veya işverene bildirmek
- Teftiş durumunda işverenle işbirliği
- Kendi görev alanında çalışan temsilcisi ile işbirliği

Laboratuvarlarda İş Sağlığı ve Güvenliği Başarısı

- 6331 sayılı yasanın getirdiği yeniliklere uymak yeterli mi ?
- Laboratuvarı yönetmek (yönetim sistemi uygulanması) temel unsurdur.

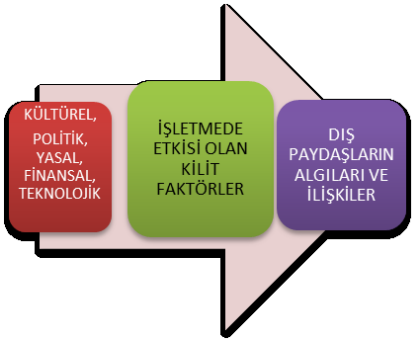
ISO 31000:2009 Risk Yönetimi Standartı

- ISO 31000:2009 Belgelenme zorunluluğu olan bir standart değildir. Standart aşağıdaki sorulara yanıt aramaktadır:
- Risk niçin ve nasıl oluşur?
- Risklerin sonuçları nelerdir?
- Riskin gelecekte oluşma olasılığı nedir?
- Riski azaltmak mümkün müdür?

ISO 31000:2009 Risk Yönetimi Standartı

- **Risk:**
- ISO 31000:2009'da risk hedefler üzerinde belirsizliğin etkisi olarak tanımlanmaktadır. Bu belirsizlik tanımı şu şekilde açıklanmaktadır.
- Etki beklenen sapmadır. Bu negatif veya pozitif sapma olabilir. Negatif sapma kayıptır.
- Pozitif sapmayı işletmenin hedeflerine zamanından erken ulaşması olarak yorumlamak gerekir.





ISO 31000:2009
Risk Yönetimi Standartı

- Risk yönetimi açıkça belirsizliği gösterir.
- Risk Yönetimi mevcut en iyi bilgiye dayanır.
- Risk yönetimi şeffaf ve kapsamlıdır.
- Risk yönetimi dinamiktir, yinelenen ve değişime yanıt verendir.
- Risk yönetimi kuruluşun sürekli iyileştirilmesini ve geliştirilmesini kolaylaştırır.

TEŞEKKÜRLER



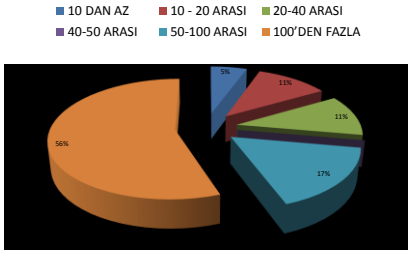
LABORATUVARLARDA İŞ SAĞLIĞI ve GÜVENLİĞİ ANKET ÇALIŞMASI

Huriye KUMRAL- Onur GÖKULU

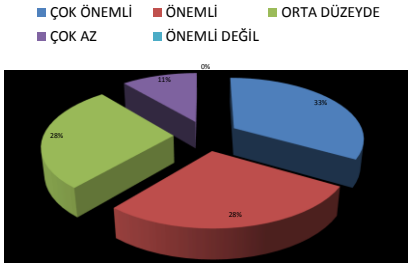
ANKET ÇALIŞMASI

- Ankete katılan firma sayısı: 20

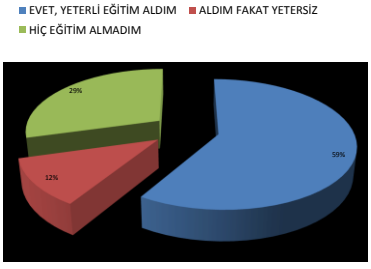
ÇALIŞTIĞINIZ FİRMADA TOPLAM ÇALIŞAN SAYISI



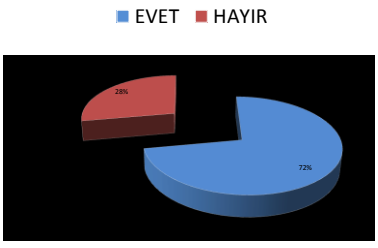
LABORATUVARLARDA İŞ SAĞLIĞI VE GÜVENLİĞİ NE KADAR ÖNEMLİ?



LABORATUVARDA KURULUŞUNUZA ÖZGÜ İŞ GÜVENLİĞİ EĞİTİMİ ALDINIZ MI?

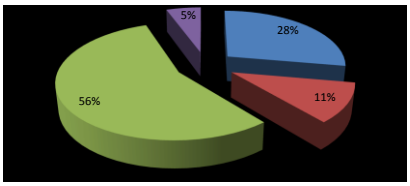


RİSK DEĞERLENDİRMESİ KONUSUYLA KARŞILAŞTINIZ MI?



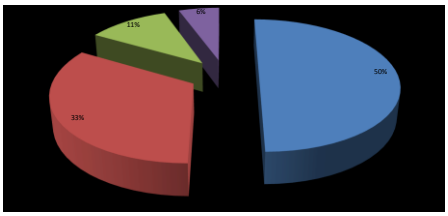
ÇALIŞMA YERİNİZDE PSİKOSOSYAL EN BÜYÜK RİSKİNİZ?

İşini Kaybetmek
Terfi Edememek
Ekonomik Durumun İyiye Gitmemesi
Çalışma temposu nedeniyle kendine zaman ayıramamk



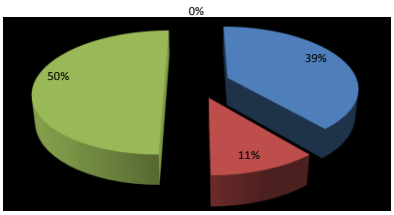
ÇALIŞTIĞINIZ YERDE EN BÜYÜK RİSK?

İŞYERİ İŞLETME ŞARTLARININ RİSKLERİ (Ortam, ekipman, kimyasal madde gibi)
ÜST YÖNETİM KAYNAKLI RİSKLER (Yanlış veya yetersiz organizasyon gibi, kayırmacılık vs.)
DİĞER ÇALIŞANLARDAN KAYNAKLI RİSKLER (Eğitimsiz personel gibi)
FİRMANIN EKONOMİK OLARAK GÜÇLÜ OLMAMASI



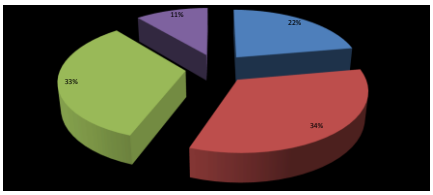
LABORATUVARDAKİ EN ÖNEMLİ FİZİKSEL RİSK?

DÜŞMELER, KAYMALAR
GÜRÜLTÜ, TİTREŞİM
HAVALANDIRMA
SICAKLIK



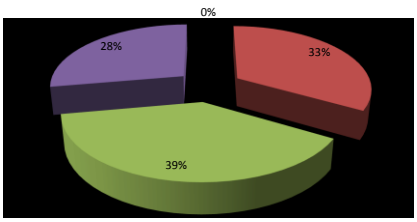
LABORATUVARDA RİSK DEĞERLENDİRME YAPILIP YAPILMADIĞI

YAPILMADI
YAPILDI, YETERLİ DEĞİL
YAPILDI YETERLİ
YAPILIP YAPILMADIĞINI BİLMİYORUM



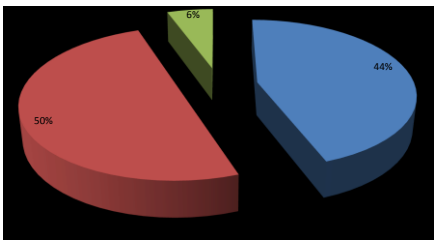
LABORATUVARDA KİMYASALLAR NE KADAR GÜVENLİ DEPOLANIYOR?

FİKRİM YOK
KÖTÜ DEPOLANIYOR
KISMEN İYİ DEPOLANIYOR
İYİ DEPOLANIYOR

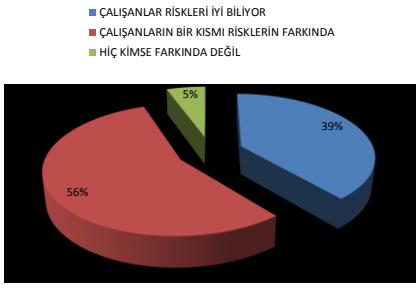


RİSK DEĞERLENDİRME ÇALIŞMALARINA KATILDINIZ MI?

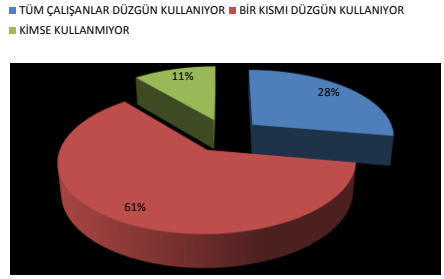
HAYIR, KATILMADIM
KISMEN KATILDIM
BEN YAPTIM



LABORATUVAR RİSKLERİNİN ÇALIŞANLAR TARAFINDAN BİLİNMESİ



GEREKLİ, YETERLİ VE DÜZGÜN BİR ŞEKİLDE KKD (KİŞİSEL KORUYUCU DONANIM) KULLANILIP KULLANILMADIĞI



SONUÇ

- Anket katılımcıları:

1-Laboratuvarda iş sağlığı ve güvenliğinin önemli olduğunu

2-Havalandırma ve düşme/kaymaların en büyük risk grubunu oluşturduğunu,

3-Laboratuvar risklerinin kısmen farkında olduğunu belirtmişlerdir.

- Konunun önemi 6331 sayılı yasanın uygulanması ile artacaktır.



CLP TÜZÜĞÜ

Mustafa Cüneyt GEZEN
Tekstil Kimya Müh. (M.Eng)

CLP Tüzüğü

1



Mustafa Cüneyt Gezen
Tekstil Kimya Müh. (M.Eng)

İçerik

2

- Genel bilgiler, CLP nedir?
- Amaç, kapsam?
- CLP ile neler değişiyor?
- CLP yükümlülükleri ve geçiş tarihleri?
- Sınıflandırma, etiketleme ve ambalajlama yükümlülüğü?
- Güvenlik Bilgi Formları
- REACH ve CLP bağlantıları?

Genel bilgiler (1)

3

C Classification (Sınıflandırma)

L Labelling (Etiketleme)

P Packaging (Ambalajlama)

Genel bilgiler (2)

4

- (EC) 1272/2008 sayılı CLP Tüzüğü, maddelerin ve karışımların sınıflandırılması, etiketlenmesi ve ambalajlanması üzerine kabul edilen bir AB yasal düzenlemesidir.
- 20 Ocak 2009'da yürürlüğe girmiş olup, BM GHS (Globally Harmonised System) düzeninin AB içindeki uyarlamasıdır.
- Ancak GHS'den değişiklik göstermektedir.

Genel bilgiler (3)

5

- CLP Tüzüğü, 67/548/EEC sayılı Tehlikeli Maddeler ve 1999/45/EC sayılı Tehlikeli Preparatlar Yönetmeliklerini önce değiştirecek ve sonra bunları iptal edecek ve,
- (EC) 1907/2006 REACH Tüzüğü Madde 31 ve Ek 2'sini değiştirecektir.
- Maddeler 1 Aralık 2009'dan sonra ve karışımlar ise 1 Haziran 2015'ten sonra CLP uyarınca sınıflandırılır, etiketlenir ve ambalajlanır.
- Rafta yer alan maddeler ve karışımlar için 2'şer yıl ek süre tanınmıştır.

CLP nedir? (1)

6

- Maddelerin ve karışımların tehlikeleri ve bunların üçüncü kişilere nasıl iletileceğini düzenleyen (EC) No. 1272/2008 sayılı bir AB tüzüğüdür.
- Piyasaya sunmadan önce, maddeler ve karışımlarla ilgili bilgilerin hazırlanmasından endüstri sorumludur.

CLP nedir? (2)

7

- Madde ve karışımların özellikleri, etiketler üzerinde yer alır.
- Bunların hazırlanmasıyla ilgili olarak, endüstriye ek bir süre tanınmıştır.
- Endüstri, ayrıca bu bilgileri ECHA'ya sunmak zorundadır.

CLP nedir? (3)

8

- Tüzük, 7 Başlık, 62 Madde ve 7 Ek'ten oluşmuştur. Toplamda 1355 sayfadır.
- Başlık II, III ve IV altındaki Maddelerle ilgili yükümlülükler kimyasal maddeler için 1 Aralık 2010'da başlamıştır.
- Aynı yükümlülükler karışımlar için 1 Haziran 2015'te başlayacaktır.
- Tonaj eşiği yoktur.

CLP nedir? (4)

9

CLP Tüzüğü başlıkları:

- Başlık I: Genel konular,
- Başlık II: Tehlike sınıflandırması,
- Başlık III: Etiket üzerindeki tehlike bilgileri,
- Başlık IV: Ambalajlama,
- Başlık V: Sınıflandırmanın uyumlaştırılması,
- Başlık VI: Yetkili kurumlar ve yürürlüğe giriş,
- Başlık VII: Genel ve son hükümler

CLP nedir? (5)

10

CLP Tüzüğü ekleri:

- Ek I: Tehlikeli maddeler ve karışımlar için sınıflandırma ve etiketleme gereklilikleri;
- Ek II: Belirgin maddelerin sınıflandırılması ve etiketlen-mesi için özel kurallar;
- Ek III: Tehlike terimleri, tamamlayıcı tehlike bilgileri ve tamamlayıcı etiket öğeleri;
- Ek IV: Önlem terimleri listesi;
- Ek V: Tehlike piktogramları;
- Ek VI: Uyumlaştırılmış sınıflandırma ve etiketleme.

CLP nedir? (6)

11

CLP Tüzüğüyle bağlantılı düzenlemeler:

- (EC) No. 453/2010 sayılı Komisyon Tüzüğü,
- (EC) No. 440/2010 sayılı Komisyon Tüzüğü.

Amaç (1)

12

CLP Tüzüğünün amaçları (bkz. Madde 1):

- Maddelerin ve karışımların taşıdığı risklerden insan sağlığının ve çevrenin en yüksek düzeyde korunması,
- Maddelerin ve karışımların AB piyasasında serbest dolaşımının sağlanması,
- Maddelerin ve karışımların sınıflandırılma ölçütlerinin uyumlaştırılması,
- Tehlikeli maddelerin etiketlenmesi ve ambalajlanması için gerekli kuralların belirlenmesi,

Amaç (2)

13

- Piyasaya sunulmuş olan maddelerin ve karışımların sınıflandırılması konusunda üreticilere, ithalatçılara ve alt kullanıcılara ve,
- Piyasaya sunuluş olan maddelerin ve karışımların etiketlenmesi ve ambalajlanması konusunda sağlayıcılara ve,
- Piyasada henüz yer almayan, ancak REACH Tüzüğü uyarınca ruhsatlandırma ve bildirim kapsamında olan maddelerin üreticilerine, eşya yapımcılarına ve ithalatçılarına yükümlülükler getirilmesi;

Amaç (3)

14

- REACH Tüzüğü uyarınca henüz ruhsat başvurusunda bulunulmamış maddelerin sınıflandırma ve etiketlendirme bilgilerinin ECHA'ya sunulması için bunların üreticilerine ve ithalatçılarına yükümlülükler getirilmesi;
- Maddelerin uyumlaştırılmış sınıflandırma ve etiketleme bilgilerini içeren Topluluk düzeyinde bir listenin Ek 6 Bölüm 3 altında oluşturulması;
- Maddeler için sınıflandırma ve etiketlendirme sayımcasının (CLI) oluşturulması.

Kapsam dışı?

15

- Radyoaktif madde ve karışımlar;
- Gümrük gözetimi altındaki madde ve karışımlar;
- Ayrıştırılmamış ara maddeler;
- Bilimsel ar-ge kapsamındaki madde ve karışımlar;
- Atıklar;
- Üye ülkelerin savunma amaçlı kullandıkları madde ve karışımlar;
- Tıp ve veterinerlik ilaçları;

Kapsam dışı? (2)

16

- Kozmetikler;
- Medikal aygıtlar;
- Gıdalar ve gıda katkı maddeleri;
- Hayvan yemleri ve yem katkıları;
- Tehlikeli maddelerin hava, deniz, kara ve demir yolları ya da kıta içi su yolları üzerinden taşınması.

İstisnalar

17

- Eşyanın yapısındaki maddeler için sınıflandırma yapılmaz.
- Eşyalardaki patlayıcılar [Madde 4 (8) ve EK 1.2].

CLP ile neler değişiyor? (1)

18

DSD ve DPD	C L P
Müstahzar (preparation)	Karışım (mixture)
Tehlikeli (dangerous)	Zararlı (hazardous)
Simge (symbol)	GHS piktogramı
R (risk) kodları	H (hazard) kodları
S (safety) kodları	P (precautionary) kodları
Eşdeğeri yok	Uyarı sözcüğü
Eşdeğeri yok	M- katsayısı

CLP ile neler değişiyor? (2)

19

DSD/DPD'ye oranla CLP'nin getirdiği değişiklikler:

- Sınıflandırmalar,
- Ölçütler,
- Etiketleme ögeleri ve
- Güvenlik Bilgi Formları.

CLP ile neler değişiyor? (3)

20

DSD/DPD'ye göre fiziksel tehlike sınıflandırmasında CLP'nin getirdiği değişiklikler:

- Patlayıcılar (kararsız patlayıcılar, Blm. 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5 ve 1.6);
- Alevlenebilir gazlar (Kategori 1 ve 2);
- Alevlenebilir aerosoller (Kategori 1 ve 2);
- Oksitleyici gazlar (Kategori 1);

CLP ile neler değişiyor? (4)

21

- Basınç altındaki gazlar (Sıkıştırılmış gazlar, sıvılaştırılmış gazlar, soğutulmuş sıvılaştırılmış gazlar, çözülmüş gazlar);
- Alevlenebilir sıvılar (Kategori 1 ve 2);
- Alevlenebilir katılar (Kategori 1 ve 2);
- Kendiliğinden tepkinir maddeler ve karışımlar (Tip A, B, C, D, E, F ve G) (Tipler A ve B);
- Piroforik sıvılar (Kategori 1);
- Piroforik katılar (Kategori 1 ve 2);

CLP ile neler değişiyor? (5)

22

- Kendiliğinden ısınan maddeler ve karışımlar (Kategori 1 ve 2);
- Suyla temasta alevlenebilir gaz yayan maddeler ve karışımlar (Kategori 1, 2 ve 3);
- Oksitleyici sıvılar (Kategori 1, 2 ve 3) (Kat. 1 ve 2);
- Oksitleyici katılar (Kategori 1, 2 ve 3) (Kat. 1 ve 2);
- Organik peroksitler (Tip A, B, C, D, E, F ve G) (Tipler A'dan F'ye);
- Metaller için aşındırıcılar (Kategori 1).

CLP ile neler değişiyor? (6)

23

DSD/DPD'ye göre sağlık tehlikesi sınıflandırmasında CLP'nin getirdiği değişiklikler:

- Akut toksisite (Kategori 1, 2, 3 ve 4)
- Deride tahriş, kaşıntı (Kategori 1A, 1B, 1C ve 2);
- Ciddi göz yıkımı/göz kaşıntısı (Kategori 1 ve 2);
- Solunum ya da deri duyarlılığı (Kategori 1);
- Germ hücre mutajenitesi (Kategori 1A, 1B ve 2);
- Karsinojenisite (Kategori 1A, 1B ve 2);
- Üreme için toksik (Kategori 1A, 1B ve 2)

CLP ile neler değişiyor? (7)

24

- STOT (özgün hedef organ zehirliliği) - tek etkilenim (Kategori 1, 2 ve 3 -yalnızca narkotik etkiler ve solunum yolu tahrişi için-);
- STOT - yinelenen etkilenim (Kategori 1 ve 2);
- Soluma tehlikesi (Kategori 1).

CLP ile neler değişiyor? (8)

25

DSD/DPD'ye göre çevre tehlikesi sınıflandırmasında CLP'nin getirdiği değişiklikler:

- Su ortamı için tehlikeli (Akut Kategori 1, Kronik Kategori 1, 2, 3 ve 4);
- Ozon katmanı için tehlikeli.

CLP ile neler değişiyor? (9)

26

Tehlike kodları (Hazard codes):

- Fiziksel tehlikeler (H200-299)
- Sağlık tehlikeleri (H300-399)
- Çevre tehlikeleri (H400-499)

CLP ile neler değişiyor? (10)

27

AB tamamlayıcı tehlike kodları:

- Fiziksel tehlikeler (EUH001 - ...)
- Sağlık tehlikeleri (EUH029 - ...)
- Çevre tehlikeleri (EUH059)

CLP ile neler değişiyor? (11)

28

Önlem kodları (Precautionary codes):

- Genel (100);
- Koruma (200);
- Başetme (300);
- Depolama (400);
- Bertaraf etme (500)

CLP ile neler değişiyor? (12)

29

Uyarı sözcükleri tehlikenin ciddiyet boyutunu belirler:

- Tehlike (danger),
- Uyarı (warning).

CLP ile neler değişiyor? (13)

30



CLP ile neler değişiyor? (18)

31

C

T+
T

Xn
Xi

SAĞLIK TEHLİKELERİ



32

N

ÇEVRE TEHLİKELERİ



CLP'den kimler yükümlü?

33

27 AB ve 3 EFTA ülkesinde yerleşik

- Madde üreticileri,
- Madde/karışım ithalatçıları,
- Özgün eşya (ör. patlayıcılar) üreticileri,
- Alt kullanıcılar, formülatörler, yeniden ithalatçılar,
- Dağıtıcılar ve perakendeciler

yükümlüdür.

CLP'den kimler yükümlü?

34

				Alt Kullanıcılar			
	Yükümlülükler	Üretici	İthalatçı	Distribütör	Kompozisyoncu	Eşya üreticisi	Profesyonel kullanıcı	Endüstriyel kullanıcı
1	Sınıflandırma	X	X	-	X	O	-	-
2	Etiketleme	X	X	X	X	O	-	-
3	Ambalajlama	X	X	X	X	O	-	-
4	Bildirim	X	X	-	-	-	-	-
5	Bilgilerin saklanması (10 yıl)	X	X	X	X	X	-	-

CLP geçiş süreçleri (1)

35

Maddeler için

Tarih	Sınıflandırma	Etiketleme
1 Aralık 2010 sonrası	67/548/EEC ve CLP	**CLP**
1 Haziran 2015 sonrası	**CLP**	**CLP**

CLP geçiş süreçleri (2)

36

Karışımlar için

Tarih	Sınıflandırma	Etiketleme
1 Aralık 2010 sonrası	1999/45/EC + CLP	1999/45/EC ya da CLP
1 Haziran 2015 sonrası	**CLP**	**CLP**

Özgün sınıflandırma (1)

37

Özgün sınıflandırma, madde/karışımların sağlayıcılarınca yapılan sınıflandırmadır. Özgün sınıflandırma dört temel adımda yapılır:

- Uygun bilgiler derlenir,
- Bunların yeterliliği ve doğruluğu değerlendirilir,
- Bu bilgiler sınıflandırma ölçütlerine göre gözden geçirilir ve daha sonra
- Sınıflandırmaya karar verilir.

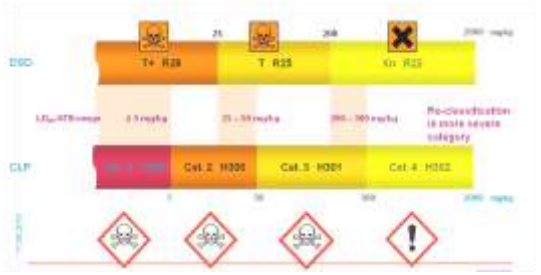
Özgün sınıflandırma (2)

38

- Özgün sınıflandırma için CLP Ek 7'deki dönüşüm çizelgelerinden de yararlanılabilir.
- Bu çizelgelerde TMY/TPY'den dönüştürülen bilgiler yer alır.

Özgün sınıflandırma (3)

39



Yeni tehlike bilgisi

40

- Üreticiler, ithalatçılar ve alt kullanıcılar madde / karışımla ilgili en yeni ve güncel bilgileri izler.
- Yeni bir bilgi elde edildiğinde değerlendirilir.
- Etiketler bu bilgilere göre değiştirilir.
- Etiket değişeceğine göre, GBF da değişir.
- Sınıflandırma ve etiketleme bilgileri değiştiğinde, bunlarla ilgili ECHA'ya bildirimde bulunulur.

Bilgi kayıtları

41

- Madde/karışım sağlayıcıları, elde ettikleri bilgileri kayıt altına alarak saklamak zorundadır.
- Saklama süresi en az 10 yıldır.
- ECHA ya da MSCA bu bilgileri istediğinde, vermek zorundadırlar.
- Ayrıca karışımlarla ilgili bilgiler, tıbbi girişim sırasında verilmelidir.

CLP'ye uygun etiketleme (1)

42

- Sağlayıcılar madde/karışımları piyasaya sunmadan önce, bunları CLP'ye uygun biçimde etiketlenir.
- Bu etiket üzerinde, kullanıcılara yönelik tehlike bilgileri yer alır.
- Söz konusu madde ya da karışımlarla ilgili GBF'ları, müşterilerce istendiği anda verilir.

CLP'ye uygun etiketleme (2)

43

- Orijinal ambalajı içinde olan tehlikeli maddeler ya da,
- İçindeki bir ya da birkaç maddenin tehlikeli olarak sınıflandırıldığı karışımlar kesinlikle etiketlenmelidir.
- Etiket içeriği ve etikette yer alacak olan ögelerle ilgili bilgiler, CLP Tüzüğünde belirtilmiştir.

CLP'ye uygun etiketleme (3)

44

Etiket için gerekli bilgiler şöyledir:

- Sağlayıcının kimlik ve iletişim bilgileri;
- Ambalaj içindeki madde/karışımın nominal miktarı;
- Ürünün tanımı;
- Tehlike piktogramları, tehlike işaretleri, tehlike ve önlem kodları ile
- Başka düzenlemelerle gerekli görülen tamamlayıcı bilgiler.

CLP'ye uygun etiketleme (4)

45

Ambalaj kapasitesi, L	Etiket boyutları, mm, en az
3 ≤ V	En az 52 * 74
50 ≤ V > 3	En az 74 * 105
500 ≤ V > 50	En az 105 * 148
500 > V	En az 148 * 210

(Bkz. CLP Tüzüğü, Ek I, Çizelge 1.3)

CLP'ye uygun etiketleme (5)

46



CLP'ye uygun etiketleme (6)

47



Özgün sınıflandırma ve etiketleme

48

Etiket üzerinde

- Dokunsal tehlike işareti ve
- Çocuklar için özel kilit bilgileri

belirtilir.

Dış ve iç ambalaj

49

- Dış ambalajda yalnızca taşımacılığa uygun etiket yeterlidir.
- İç ambalajda ise CLP kurallarına göre etiket kullanılır.



Güvenlik bilgi formları(1)

50

- Güvenlik bilgi formları, sağlanım zincirinde önemli bir iletişim aracıdır.
- DSD/DPD'ye göre sınıflandırılmış bir madde ya da karışım, CLP'ye göre sınıflandırılmış, etiketlenmiş ve ambalajlanmış ise, maddeler için 1 Aralık 2010'dan önce, karışımlar için 1 Haziran 2015'ten önce yayımlanan GBF'larında DSD/DPD ve CLP sınıflandırması ikisi birden yer alır.

Güvenlik bilgi formları(1)

51

- 1. Madde/karışımın ve sağlayıcının tanıtımı;
- 2. Tehlike(ler) nin tanımı;
- 3. Bileşim ve içerik bilgisi;
- 4. İlk yardım önlemleri;
- 5. Yangınla başetme önlemleri;
- 6. Kazayla yayılmaya karşı önlemler;
- 7. Kullanım ve depolama;
- 8. Etkilenim kontrolleri/kişisel koruma;
- 9. Fiziksel ve kimyasal özellikler;

Güvenlik bilgi formları(1)

52

- 10. Kararlılık ve tepkinirlik;
- 11. Sağlık (toksikolji) bilgisi;
- 12. Çevre (ekoloji) bilgisi;
- 13. Atıkların bertarafı;
- 14. Taşımacılık bilgisi;
- 15. Düzenleyici bilgiler;
- 16. Öteki bilgiler.

Güvenlik bilgi formları(2)

53

- Tehlikelerle ilgili yeni bir bilgi elde edilmiş ise, ve
- Daha önce DSD/DPD uyarınca sınıflandırılmamış madde/ karışımın tehlikeli olarak sınıflandırılması durumunda,
- Ya da insan sağlığı ve çevre için tehlikeli olan bir ya da birden çok maddenin gaz olmayan karışımlarda ağ. ≥ % 1
- Ya da gaz karışımlarda hac. ≥ % 0.2 olması durumunda

eldeki güvenlik bilgi formu güncellenmelidir.

Güvenlik bilgi formları(3)

54

- Tehlikeli maddelerin/karışımların, ve SVHC aday listesinde yer alan maddelerin GBF'ları ilk teslimat sırasında verilir.
- Tehlikeli olarak sınıflandırılmayan bir karışım için, gaz olmayan karışımlarda ağ. ≥ % 1 ve gaz karışımlarda hac. ≥ % 0.2 tehlikeli madde içeriyorsa,
- Ya da işyerinde izin verilen etkilenim sınır değeri bulunan kimyasalların GBF'ları, profesyonel kullanıcı istediği anda verilir.
- Piyasaya sürüldüğü üye ülkenin resmi dilinde düzenlenir.

Güvenlik bilgi formları(4)

55

Tarih	Güvenlik bilgi formları *	
	Maddeler için	Karışımlar için
1 Haziran 2015 öncesi	DSD ve CLP	DPD ve CLP
1 Haziran 2015 sonrası	CLP	CLP

* bkz. CLP Tüzüğü Madde 57(2)(b) ile değişik REACH Tüzüğü Madde 31.

Güvenlik bilgi formları(5)

56

- GBF'nı hazırlanmasıyla ilgili 91/155/EC sayılı yönetmelik, REACH Tüzüğü Ek 2 altına alınmıştır.
- CLP Tüzüğü ise, REACH Ek 2'de değişiklikler yaparak genişletilmiş GBF (gGBF - extended SDS - eSDS) kurallarını getirmiştir.
- Buna göre maddeyle ilgili etkilenim kurguları ve buna bağlı kimyasal güvenlik değerlendirmesi (> 10 tpa), gGBF içinde yer alacaktır.

Güvenlik bilgi formları(6)

57

- (EC) 453/2010 sayılı Komisyon Tüzüğü ile maddeler ve karışımlar için GBF üzerinde yeni kurallar gelmiştir.
- Ek 1 maddelerle ilgili, ve Ek 2 ise karışımlarla ilgili GBF'larının düzenlenmesi kurallarını getirmiştir.

Sınıflandırma ve etiketleme sayımcası (1)

58

- 1 Aralık 2010'da piyasada yer alan maddelerin bildirimi 3 Ocak 2011'de sona ermiştir.
- Bu tarihten sonra piyasaya sunulacak maddelerin bildirimi, en geç 30 gün içerisinde yapılmalıdır.
- Bildirim üreticiler ve ithalatçılarca yapılır.
- AB dışı üreticilerin tek temsilcileri, bunlar adına bildirimde bulunabilir.

Sınıflandırma ve etiketleme sayımcası (2)

59

Bildirimde şu konular yer alır:

- Bildirimde bulunanın kimlik ve iletişim bilgileri;
- Maddenin tanımlanmış adı, varsa öteki adları;
- Moleküler ve yapısal formülü;
- Doğal yapısı ve varsa katkıların miktarı;
- CLP uyarınca sınıflandırma bilgisi;
- Özgün derişim sınırları, M-katsayıları;
- Tehlike piktogramları, uyarı sözcükleri, tehlike kodları;
- Varsa tamamlayıcı tehlike bilgileri.

Sınıflandırma ve etiketleme sayımcası (3)

60

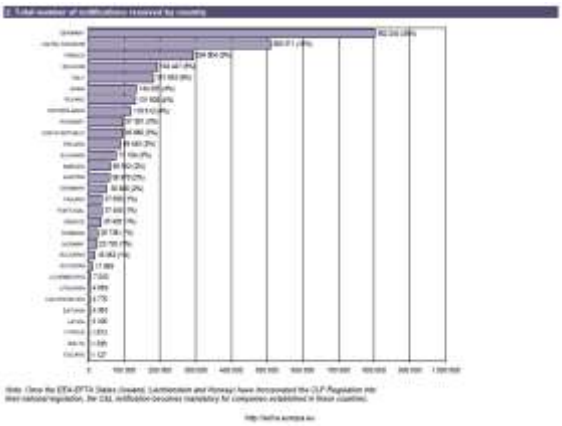
- Şirketler IUPAC adlarını gizli tutabilir. Bu durumda bu ad gizli olarak değerlendirilir. Sayımcada yayımlanmaz.
- Bu amaçla seçimli ad kullanılabilir.

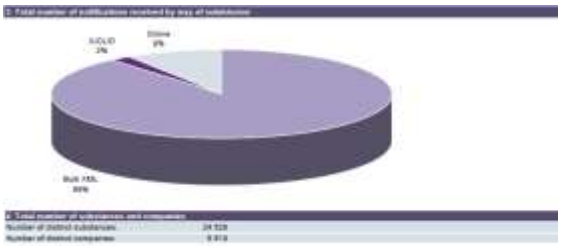
Sınıflandırma ve etiketleme sayımcası (4)

61

- Sınıflandırma ve etiketleme (C&L) sayımcası, bildirilmiş ve tescil edilmiş maddelerin üretici/ ithalatçılarından alınan sınıflandırma ve etiket bilgilerinin bulunduğu bir veri tabanıdır.
- Bu sayımca aynı zamanda uyumlaştırılmış sınıflandırma listesini de içerir.
- ECHA tarafından, 3 Ocak 2011 tarihi itibariyle, 25 bine yakın madde için 3.1 milyon adet bildirim alınmıştır.
- Sayımcanın kamuya yönelik bölümü 2011 bahar/ yaz aylarında açılmıştır.







ECHA web sitesi

65



Avrupa Komisyonu CLP sayfası

66



Teknik kılavuzlar

67





REACH ile benzerlikler

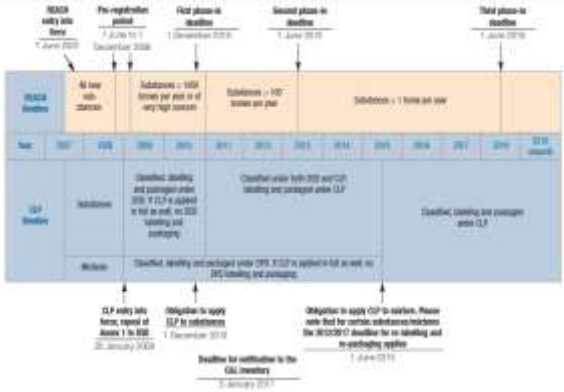
68

- REACH ve CLP tehlike iletişim araçlarını içerir. Etiket kuralları CLP'de belirtildiği gibi, GBF kuralları da REACH'te belirtilmiştir. CLP etiketi GBF ile birlikte kullanılır.
- REACH'te maddenin sınıflandırılması zorunlu olarak tescil dosyasının bir parçasını oluşturur. Sınıflandırma ölçütleri de CLP'de yer almıştır.
- REACH'e göre 1 Aralık 2010'dan önce tescil edilmiş maddeler için, CLP bildirimi gerekmez.

REACH ile ayrılıklar

69

- REACH'in temeli maddenin tesciline dayalıdır. CLP'de ise temel öge bildirim, sınıflandırma ve etiketlemedir.
- REACH 1 tpa ve üzerindeki maddelere uygulanır. Ancak CLP'de tonaj sınırlaması aranmaz.



CLP Tüzüğü

71

Teşekkürler

gezenmc@yahoo.com

LABORATUVARDA TEHLİKELER RİSKLER VE ÖNLEMLER RİSK DEĞERLENDİRMESİ

Ruhi ÖKTEM
Kimya Yük. Müh.

LABORATUVARDA TEHLİKELER RİSKLER VE ÖNLEMLER RİSK DEĞERLENDİRMESİ

A SINIFI İŞ GÜVENLİĞİ ve İSİG BİLİM UZMANI
KİMYA YÜK. MÜH.
Ruhi ÖKTEM

Sn. Müjdat AYDIN ve Sn. Hilal KINLI' nın Risk Yönetimi Yahoo Grubunda yayınlanmış sunularından yararlanılmıştır.

Sunu Başlıkları

1-HANDELERİ TÜP YAKMASIN
2- Genel sorumluluklar
3- Lab. Güvenliği Kurulu
4- 6331 e Göre Risk Değerlendirmesi
5-Tehlike ve risk tanımlanması
6- Bazı Kontrol Önlemleri
7- Kimyasal Aciller
8- Kimyasal Hijyen Planı

Hande' leri Tüp Yakmasın!

Değerli arkadaşlar
Konu çoğu arkadaşımızın dikkatini çekmedi.
Konuşmaya değerlendirmeye değmez mi ???????
Fakat ekteki sizlere paylaşacağım 5 bölümde göndereceğim
LABORATUVARDA GÜVENLİ ÇALIŞMA TEKNİKLERİ
ppt sunumu dikkatinizi çekecektir.
İyi Günler
Müjdat AYDIN

Hande'yi deney tüpü yaktı

Uludağ Üniversitesi'nde yüksek lisans yapan Hande Ö....., deney sırasında yere düşürdüğü tüpün parlaması nedeniyle alevler arasında kaldı. Vücudunun yüzde 40'ında yanıklar oluşan genç kız, tedavi altına alındı.

ntvmsnbc ve Ajanslar

- Güncelleme: 10:10 TSİ 16 Nisan. 2013 Salı
- BURSA - Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi'nde yüksek lisans eğitimini sürdüren 25 yaşındaki Hande Özyürek, laboratuvarda yağ analizi yaptığı sırada içinde hekzan gazı bulunan deney tüpünü yere düşürdü. Özyürek, tüpün parlaması nedeniyle alevler içinde kaldı.

Genel Sorumluluklar

- Öğretim kurumlarında da laboratuvarlarda sık sık kazalar oluşmaktadır.
- Tüm personelinin (tam gün ve part-time çalışanlar, işçi veya sözleşmeliler, misafir araştırmacılar, öğrenciler, stajyerler, ziyaretçiler v.b. dahil)

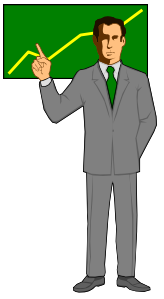
İş Kanunu ve ilgili mevzuata göre hazırlanmış talimatlar doğrultusunda;

- çalışma esnasında karşılaşılabilecek her türlü risk hakkında bilgilendirilmesi ve personelin de bu talimatlara uyması gereklidir.

Yöneticilerin Sorumlulukları-2

İşinde;
- ✓ hangi kimyasalların mevcut olduğunu;
- ✓ ne denli ve nasıl tehlikeli olduklarını açıklamak;
- ✓ kimyasal maruziyetten kaçınma yollarını göstermek ve
- ✓ Kayıt sistemi MSDS ve Etiket
- ✓ tehlikeli kimyasallarla çalışmanın risklerinin nasıl azaltılacağına
- ✓ acil bir durumda neler yapılacağına

dair çalışanları eğitmek,



Yeni bir kavram: Laboratuar Güvenliği Kurulu Neden Oluşturulmasın?

1. politika belirlemek, yıllık çalışma planlarını yapmak, işleyişi denetlemek ve rapor hazırlamak.

2. Uygulamaların yürütülmesinde görev alacak çalışma gruplarını teklif etmek; görev dağılımlarını belirlemek ve bu gruplar ile toplantılar düzenleyerek çalışmalarını izlemek.

3. Genel güvenlik eğitimi müfredatını ve eğitim dokümanlarını periyodik olarak gözden geçirmek, güncellenmesini sağlamak.



*İSİG RD Yönetmeliği 28512 sayılı RG. 29.12.2012



- **Risk değerlendirmesinin yenilenmesi**
- **MADDE 12 -** (1) Yapılmış olan risk değerlendirmesi; tehlike sınıfına göre çok **tehlikeli, tehlikeli ve az tehlikeli** işyerlerinde sırasıyla en geç **üç, beş ve yedi** yılda bir yenilenir.
- (2) Aşağıda belirtilen durumlarda ortaya çıkabilecek yeni risklerin, işyerinin tamamını veya bir bölümünü etkiliyor olması göz önünde bulundurularak risk değerlendirmesi tamamen veya kısmen yenilenir:
- a) İşyerinin taşınması veya binalarda değişiklik yapılması,
- b) İşyerinde uygulanan teknoloji, kullanılan madde ve ekipmanlarda değişiklikler yapılması,
- c) Üretim yönteminde değişiklikler olması,
- ç) İş kazası, meslek hastalığı veya ramak kala olay meydana gelmesi,
- d) Çalışma ortamına ait sınır değerlere ilişkin bir mevzuat değişikliği olması,
- e) Çalışma ortamı ölçümü ve sağlık gözetim sonuçlarına göre gerekli görülmesi,
- f) İşyeri dışından kaynaklanan ve işyerini etkileyebilecek yeni bir tehlikenin ortaya çıkması.

Laboratuvarda risk analizinde dikkat edilecek konular:

- Tüm **işlerin** listesi çıkarılmalı

- **1-Süreç** adımlarına göre,
- **2-Ekipman**ların listesine göre,
- **3- Görev bazlı**
- **4-Alan** bazlı analiz yapılabilir.

(Taşeron – ziyaretçi de dahil edilmeli)
Gözlem - görüş alma ihmal edilmemeli
Etki altında kalacak kişiler saptanmalı

tüm işlerin listesi

Öncelikle yönetmeliğe uygun bir ekip kurmalısınız. Bu aşamadan sonra ilk etapta risk değerlendirmesi çalışmasının çerçevesini çizmek önemlidir.

O nedenle ilk olarak laboratuarda yapılan tüm işlemlerin listesini çıkarın. Örneğin;

- numune kabul, A deneyi, B deneyi,
- ön hazırlık, tezgah temizliği, bulaşık yıkanması, yer temizliği, cam temizliği gibi

süreç adımları

Yukarıda tanımladığınız her bir işlemin süreç adımlarını oluşturun. Örneğin;

- numune kabul sürecinde numune ne şekilde ve kimler tarafından laboratuara getiriliyor?,
- ne şekilde kabul ediliyor?

(numune kabulde herhangi bir

- ön kontrol,
- kayıt,
- başka kaba aktarma, vb. var mı?)

süreç adımları 2

- ve ön hazırlık aşamasına kadar ne şekilde **muhafaza** ediliyor?.
- Personel numuneyi tesis içi/dışı ilgili yerlere gidip kendisi de numune alıyor olabilir. Bu durumda risk değerlendirmesine bu aşamadaki riskleri de dahil etmiş oluruz.
- Bir bölümü aynı zamanda **ofis** olarak da kullanılıyorsa ofisle ilgili faaliyetleri de faaliyet listenize eklememiz gerekecek.

ekipmanın listesi 2

İkinci olarak laboratuarda kullanılan tüm ekipmanın listesini çıkarın. Örneğin;

- etüv, fırın, çeker ocak,
- terazi, vb.
- Ayrıca laboratuarda kullanılan
- basınçlı hava, vakum,

Azot, Hidrojen, Propan, vb.

hatlar ve basınçlı tüpler varsa bunların türlerini ve yerlerini tanımlayın.

- otoklav,
- santrifüj,
- mikroskop,
- mikrodalga fırın,
- UV cihazı,
- süzme seti

Taşeron/ ziyaretçi yi dahil ediniz

Laboratuara *mesai içi/dışı çeşitli amaçlarla* giriş çıkış yapan taşeron personeli ve ziyaretçiler dahil tüm kişileri tanımlayın. Örneğin;

- ***temizlik taşeronu** sabah kimse yokken temizlik yapıyor olabilir,
- **güvenlik taşeronu** gece/hafta sonu gelip laboratuarı kontrol ediyor olabilir,
- **kat görevlisi** çay-kahve servisi yapıyor olabilir,
- **stajerler** numune getiriyor olabilir, vb.

*Temizlik kaygısı ile bir kat (laboratuvar) hizmetlisi sizi canınızdan etmesin.☹

- Bir hastanenin acil servisinde her sabah geldiklerinde bir veya birkaç hastanın ölmüş olduğunu gören doktorlar uzunca bir araştırma sonucu gerçeğe ulaşırlar:...

- Kat görevlisi yapacağını yapmıştır...
- Nasıl?

Analiz için bilgi toplama

Tüm bu çalışmalardan sonra yukarıda tanımlı olan hususlarla ilgili mümkün olduğu ölçüde bilgi toplayın. Örneğin;

- **deney föyleri,**
- ekipmanların **kullanım kılavuzları,**
- **MSDS'ler,**
- varsa laboratuarda daha önce yaşanmış olan **yaralanma/sağlık bozulmalarının kayıtları,**
- laboratuarda yapılan faaliyetlerin güvenliği ile ilgili **yasal şartlar,**
- **mesleki dokümanlar**, vb.

1-süreç bazlı

- **Süreç ve süreç adımları** bazlı tehlike ve risk tanımlama; örneğin;
- numune alımı süreci için ayrı,
- A deneyi için ayrı,
- B deneyi için ayrı,
- yer temizliği için ayrı, vb.

2-ekipman bazlı

Ekipman bazlı tehlike ve risk tanımlama: Örneğin;

- çeker ocak ve çeker ocakta yapılan faaliyetler kaynaklı tehlike ve riskleri
- bu çerçevede tanımlayabilirsiniz.

3-görev bazlı

Görev bazlı tehlike ve risk tanımlama: Örneğin; Laboratuar personelinin;

laboratuar içinde ve dışında işle ilgili yaptığı tüm faaliyetlerin tehlike ve riskleri

4-alan bazlı

Laboratuar alanı bazlı tehlike ve risk tanımlama: Örneğin:

–Laboratuar aydınlatması,
–havalandırması,
–asma tavanlar,
–dolaplar,
–makina-ekipman yerleşimi,

gözlem / görüş alma

1. aşamada tehlike ve risk tanımlamanın diğer olmazsa olmazı ; gözlem ve çalışanların görüşlerinin alınmasıdır.

Örneğin;

- yapılan bir deneyi baştan sona gözlemlemek
- ve *deneyi gerçekleştiren personelin* görüşlerini almakla *dışarıdan tahmini* bir tehlike ve risk tanımlama arasında dağlar kadar fark bulunabilir.

etki altında kalacak kişiler i dahil ediniz

- **etki altında olacak kişilerin** belirlenmelidir.
- Bu kadar titizlikle yaklaşmanıza rağmen yine de minimum seviyede de olsa, öngöremeyeceğiniz/tanımlanamayan riskler kalacağını,
- bunların da zaman içindeki gözden geçirmelerde, denetimlerde, olay/meslek hastalığı vb. durumlarında tanımlanabileceğini hatırlayınız

kontrol listesi (check list) örneği

NO		Evet	Hayır	Gereksiz
1	Çalışma birimi, aynı bina içinde yürütülen diğer etkinliklerden ayrılmış mı?			
2	Çalışanların işe giriş ve sonrasında periyodik olarak sağlık kontrolü yapılıyor mu ?			
3	Çalışma biriminde bulunanların görülebilirliği gözetleme penceresi veya benzeri bir bölüm var mı ?			
4	Personel kontrollü alandan ayrılmadan önce duş alıyor mu ?			
5	"Palto, pardösü, celet, şapka gibi giyim eşyası çanta ve kitaplar laboratuar çalışmasıyapılan masaların üzerine bırakılıyor mu ?"			
6	Lab. Çalışanı gerekli kişisel koruyucularını kullanıyor mu ?			
7	"Çalışma masasının üzeri, çalışmaya başlamadan önce ve çalışma bittikten sonradezenfektan bir madde ile siliniyor mu ?"			
8	"Numune ve kültür yapılan kapların üzerine muhakkak tarih, saat, protokol numarası venumunelerin alındığı yer yazılıyor mu?"			
9	"Kullanılan pipet baget, lam, lamel, gibi cam eşya içindedezenfektan (özelti:(lizol) konmuş kaba atılıyor mu ?"			
10	"Eğer kültürler (tüp veya petriler) kırılıp dökülecek olursa hemen bölge dezenfektan madde ile siliniyor mu?"			
11	"Laboratuar çalışmalarına başlamadan önce, kullanılan alet ve cihazların elektrik akımı, suyayı v.b. özellikleri kontrol ediliyor mu ?"			
12	Laboratuvarda yiyecek-içecek bulunuyor mu ?			
13	Analiz yapılan bölümler, çalışan personelin rahatça hareket etmesine olanak sağlayacak şekilde düzenlenmiş mi?			
14	Laboratuvarlara personel haricinde giriş ve çıkış yapan çalışan , hasta yada temizlik görevlisi var mı ?			
15	Tüm çalışanlar işyerinde kullanılan tehlikeli kimyasalları biliyor mu ?			
16	Birimde kullanılan her kimyasalın Ürün Güvenlik Bilgi Formu'nu (MSDS) bulundurulуyor mu?			
17	Her kimyasalın uygun bir şeklide etiketlenmesi sağlanıyor mu?			
18	Tıbbi atıklar (kullanılmış enjektör , pamuk , eldiven vb.) kırmızı "tıbbi atık poşetin'de muhafava ediliyor mu ?			
19	Tıbbi atıkların toplanması ve atılması uygun şeklide yapılıyor mu ?			
20	Tezgah , raf ve yer temizliği düzenli olarak yapılıyor mu ?			
21	Ekipman temizliği ve bakımı yapılıyor mu ?			
22	Kimyasal depolama yeri saklama koşullarına uygun mu ?			
23	Numune kabulunde ön kontrol noktası var mı ?			
24	Laboratuvar havalandırma sistemi ve ilklendirmesi yeterli mi ?			
25	Delici-kesici aletler ortada bırakılıyor mu ?			
26	Lab. Çalışanlarına meslek hastalıkları ve iş güvenliği ile ilgili eğitim verildi mi?			
27	Lab. Çalışan güvenliği sağlanıyor mu ?			
28	Lab içinde ofis olarak kullanılan bir bölüm var mı ?			
29	Ofis araç gereçleri (bilgisayar , fotokopi vb) bakım ve temizliği yapılıyor mu ?			
30	Laboratuvarda bulunan basınçlı tüplerin kontrolleri yapılıyor mu ?			
31	Laboratuvardaki elektrik tesisatı rutin olarak kontrol ediliyor mu ?			
32	Laboratuvardaki yüksek dolap ve raflar sarsıntı esnasında düşmemesi için sabitlenmiş mi ?			
33	Çalışanlara yangın ve ilk yardım eğitimi verilmiş mi ?			
34	Laboratuvarda uygun yangın söndürücü bulunuyor mu?			
35	Acil çıkış kapısına ulaşım kolay mı ?			

RİSK DERECELENDİRME SİSTEMİ

Olasılık :Tehlikenin meydana gelme sıklığı
1-Çok düşük.
2-Düşük
3-Orta
4-Yüksek
5-Çok yüksek.

Şiddet : Tehlikenin büyüklüğü ve süresidir.
1-Çok düşük.
2-Düşük
3-Orta
4-Yüksek
5-Çok yüksek.

	ŞİDDET				
OLASILIK	1	2	3	4	5
	2	4	6	8	10
	3	6	9	12	15
	4	8	12	16	20
	5	10	15	20	25

1 ≤ risk büyüklüğü ≤ 6 ⇒ Kabul edilebilir risk

8 ≤ risk büyüklüğü ≤ 12 ⇒ Kritik risk

15 ≤ risk büyüklüğü ≤ 25 ⇒ Çok kritik risk

RİSK ANALİZİ

KISIM: KALİTE VE İŞLETME KONTROL LABORATUVARLAR

Geçerlilik Tarihi:

Aktivite ve Tehlike	Kimler Zarar Görebilir	Mevcut Önlemler ve Tehlikeler	Kontrol Yokken Risk Derecesi Ş	O	R	Alınacak İlave Önlemler	Kontrol Varken Risk Derecesi Ş	O	R
Dolaptan Malzeme Alma	2 kişi	-Bel ağrısı -Kimyasal maddelerin yere düşerek yayılması ve zarar vermesi	4	2	8	-Doğru kaldırma teknikleri eğitimi -Kimyasalların tehlikeleri ve önlemleri talimatı -Absorban malzeme ve el süpürgesi -Uygun depolama	4	1	4
Recine Gazlama Testi	2 kişi	-Argon tüpünün devrilmesi -DİMETİL ETİLAMİN den zarar görme buhar kaçağı -patlama	4	3	12	-Argon tüpünün sabitlenmesi -Reçine gazlama testi talimatı -ex-proof elektrik teçhizatı -Buhar kaçaklarının önlenmesi -Daha zararsız GS le çalışma	4	1	4
Kimyasal maddeleri depolama	2 kişi	-Tehlikeli kimyasallardan zarar görme -Kimyasal maddelerin etrafa yayılma tehlikesi	4	3	12	-Uygun depolama -Uygun ambalaj -Eğitim -MGBF -Kimyasal maddelerin etrafa yayılma tehlikesine karşı absoban malzeme temini ve el süpürgesi	4	1	4
Kostik Hazırlama	2 kişi	-Tehlikeli kimyasallardan zarar görme Eldiven kullanma Doğru kaldırma teknikleri	4	2	8	-Talimat hazırlama ve eğitim -Ağzı dar bidon temini	4	1	4

DÜZENLEYENLER	İMZA	İŞVEREN	İMZA
İGU, İH Belge No ları		ADRESİ	
ADI SOYADI			

RİSK KONTROLÜ

KISIM: KALİTE VE İŞLETME KONTROL LABORATUVARLAR Geçerlilik Tarihi:

Aktivite ve Tehlike	Alınacak İlave Önlemler	Kontrol Varken Risk Derecesi Ş	O	R	Alınacak İlave Önlemleri Yapacak/Yaptıracak Personel	Alınacak İlave Önlemlerin Bitiş Tarihi
Dolaptan Malzeme Alma	-Doğru kaldırma teknikleri eğitimi -Kimyasalların tehlikeleri ve önlemleri talimatı -Absorban malzeme ve el süpürgesi -Uygun depolama	4	1	4		
Recine Gazlama Testi	-Argon tüpünün sabitlenmesi -Reçine gazlama testi talimatı -ex-proof elektrik teçhizatı -Buhar kaçaklarının önlenmesi -Daha zarasız GS ile calışma	4	1	4		
Kimyasal maddeleri depolama	-Uygun depolama -Uygun ambalaj -Eğitim -MGBF -Kimyasal maddelerin etrafa yayılma tehlikesine karşı absoban malzeme temini ve el süpürgesi	4	1	4		
Kostik Hazırlama	-Talimat hazırlama ve eğitim -Ağzı dar bidon temini	4	1	4		
DÜZENLEYENLER İGU, İH Belge No ları ADI SOYADI	İMZA	İŞVEREN ADRESİ				İMZA

F.19/Rev:0

DDT- Van (1949)

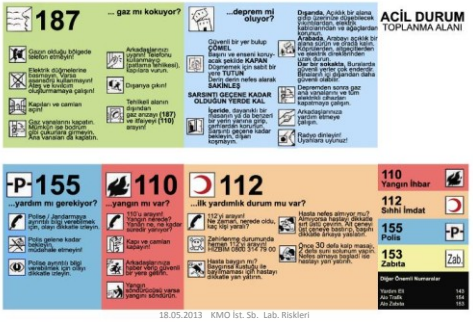


Van'da bit ve pirelere karşı DDT kullanılması

BAZI KONTROL ÖNLEMLERİ

Toplanma Alanı işaretli- herkes biliyor- acil çıkış işaretleri ile yönlendirme var mı?

Acil Durum Planı



Kimyasal Aciller

Bence en acil- hatta trafik kazalarından 37 kat daha acil bir konu☺



KİMYASAL GEÇİMSİZLİK

- Genel Kurallar

Tabloda sol kolonda verilen maddeler, sağ kolonda karşılık gelen maddeler ile kazara temas etmelerine izin verilmeyecek şekilde saklanmalı/depolanmalı ve kullanılmalıdır.

•Bu tür geçimsiz kimyasallardan bazıları ve ortaya çıkabilecek reaksiyonlar da aşağıda bir örnek verilmiştir;

•**MADDELER:**Alkali metaller, örn; Sodyum,Potasyum, Sezyum ve Lityum

•**KAZARA KARŞILAŞMAMASI GEREKEN MADDELER**

•CO_2, klorlu hidrokarbonlar, su

Basınçlı Gaz Tüpleri

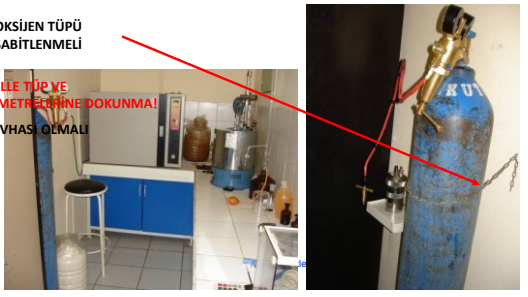
- **Güvenlik Önlemleri**

Basınçlı gaz tüpleri her zaman güvenli bir yerde tutulmalıdır.

OKSİJEN TÜPÜ SABİTLENMELİ

YAĞLI ELLE TÜP VE MANOMETRESİNE DOKUNMA!

İKAZ LEVHASI OLMALI



En Sık Laboratuar Kazaları

- Dökülmeler-saçılmalar
- İğne ve diğer kesici-delici yaralanmaları
- Bel incinmesi
- Patlamalar
- Yangınlar
- Ekzotermik (ısı veren) reaksiyonlar
- Toksik kimyasal buharları
- Ağızla pipetaj sırasında yutma

Laboratuar Çalışanları Kazaları; İstatistiksel

Güvensiz Çalışanlar

- güvenlik programları hakkında yetersiz bilgiye sahip,
- aşırı risk alan,
- aceleci iş yapan,
- genç erkekler (17-24 yaş)

Güvenli Çalışanlar

- güvenlik kurallarını bilen ve içselleştirmiş olan,
- "tedbirli" çalışma alışkanlıklarına sahip,
- potansiyel tehlikeli durumları bilen,
- kadınlar ve yaşça büyük personel (45-64 yaş)

Kimyasal Hijyen Planının Tanımı

- **Kimyasal Hijyen Planı; laboratuar ortamlarında bulunan ya da kullanılan kimyasal maddelerden kaynaklanabilecek tehlikelerden ve risklerden çalışanların korunmasına yönelik, politikaların, prosedürlerin ve sorumlulukların yer aldığı yazılı bir programdır.**
- **Kimyasal Hijyen Planı'nın şartları OSHA'nın *"Occupational Exposure to Hazardous Chemicals in Laboratories Standard"*ta tanımlanmıştır.**
- **Öğretim üyeleri ve laboratuar asistanları gibi laboratuarda çalışanlarda risk altındadır!!!**
  indirek olarak öğrenciler için de koruma sağlamaktadır.

Kimyasal Hijyen Planının Gerekli Elemanları

standart uygulama prosedürlerinin (SUP'ler) hazırlanması

Tehlikeli maddelere maruziyetin azaltılması için kontrol tedbirlerinin belirlenmesi ve uygulanmasına yönelik kriterler (örneğin;

- **mühendislik kontrol tedbirleri,**
- **idari kontroller ve**
- **hijyen uygulamaları**
- **Kişisel Koruyucu Donanım kullanımı**

Kimyasal Hijyen Planının Gerekli Elemanları

- **Kimyasal Hijyen Planı'nın uygulanmasından sorumlu personel**
- **Kanserojen, mutajen, teratojen ve akut toksisitesi olan kimyasallar gibi özel maddelerle çalışılırken alınması gereken ilave tedbirler**
- **Kimyasal Hijyen Planı'nın yıllık olarak gözden geçirilmesi ile ilgili düzenlemeler**

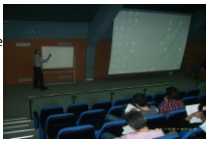
AÜFF Muh. Bl. Fak. Temel İşlemler Laboratuvarında Risk değerlendirmesi Çalışması

r.1



Önce Risk Değerlendirme Eğitimi sunusu yapıldı r.1-2

r.2



Sonra Kontrol Listeleri ile Laboratuvarlar gezildi r.3

r.3



ve son olarak 5x5 e seçilen Tehlikelerin risk değerlendirmesi gösterildi r.4

r.4



Programı Düzenleyen İSİG Dersi Profesörü Sn. Bülent AKAY (Dekan Yrd.)

SONUÇ

- Nerden Başlamalı?
- TÜM Laboratuvar içeren Okul, Fabrika, Şantiye vb yerlerde, Hande olayı yeni bir milat olmalı
- Başka canlar yanmadan Topyekün bir «Laboratuvar Güvenliği Seferberliği» başlatılmalıdır.
- ÇSGB nın İSG Rehberi kitabı tüm okullar için rehber olabilir, Kimya Mühendisleri Odamız bu seferberlikte lokomotif görevi görebilir.

Faydalanılan Kaynaklar

Müjdat AYDIN, risk yonetimi yahoo grubunda paylaştığı lab guvenliği ile ilgili sunular, Kimya Müh.
İSİG Bilim Uzmanı, Asınıfı Uzman
RİSKON Gn.Md.

Dr. Hilal KINLI, Lab. Hiyen Planı ve Lab.da risk analizinde dikkat edilecek hususlar sunuları
RAMS Risk Analizi ve Yönetim Hizmetleri Danışmanlık, Ticaret A.Ş.
Hilal.Kinli@ramsrisk.com.tr
www.ramsrisk.com.tr
Riskyonetimi-owner@yahoogroups.com

ÇSGB Mesleki ve Teknik Eğitim Okulları İSve G Rehberi ISBN: 978-975-455-150-1
Kontrol Listeleri
http: //www.okulisg.org

H. Cihangir Tuğsavul, Kimyasal Risk Etmenleri, ISBN 9786055 688 41 7 , Akademik Kitaplar, İstanbul, 2011



LABORATUVARLARDA ACİL DURUM YÖNETİM SİSTEMİ KURULMASI

Serkan Küçük



Mayıs 2013/İST. Serkan Küçük

AMAÇ

- Laboratuvarlara yönelik acil durum hazırlıklarına dair bir pencere açmak.

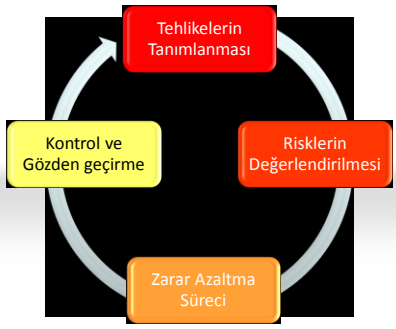
SUNUM PLANI

1. Acil Durum Yön. Sist.
2. Laboratuvarlar
3. Öneriler

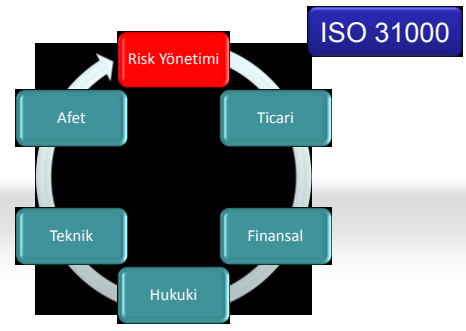
MEVZUAT/Standartlar

No	Standart	İlgili Madde
1	OHSAS 18001	
2	ISO 14001	
3	ISO 22301 – Business Continuity Management Systems	
4	ISO 27000 - Information technology — Security techniques — Information security management systems	
5	IS022320:2011 – Societal Security – Emergency Management – Requeriments for Incident Management	

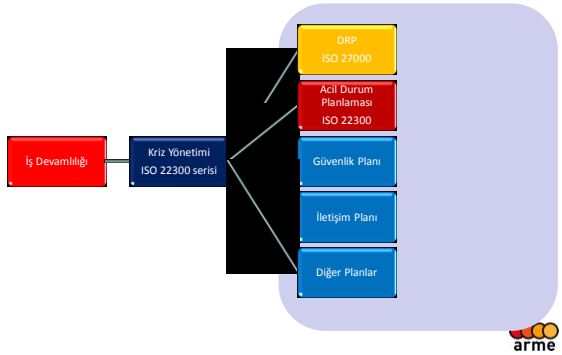
RİSKYÖNETİMİ

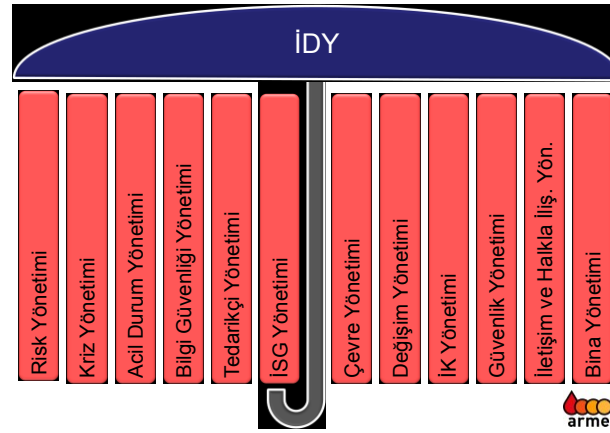


RİSKYÖNETİMİ

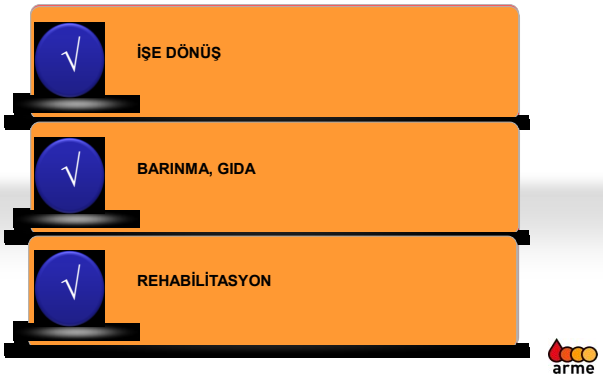


DEVAMLILIKYÖNETİMİ

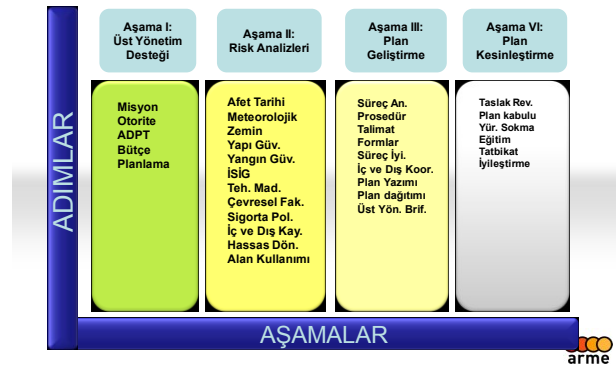




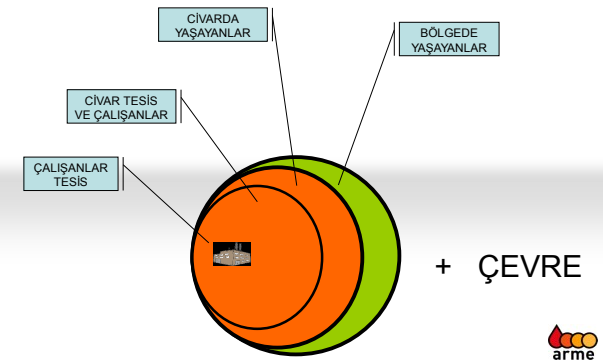
ACİLDURUMYÖNETİMİ



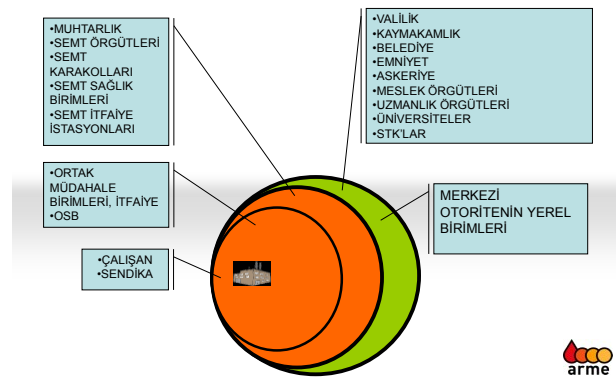
ADYDSÜRECİ



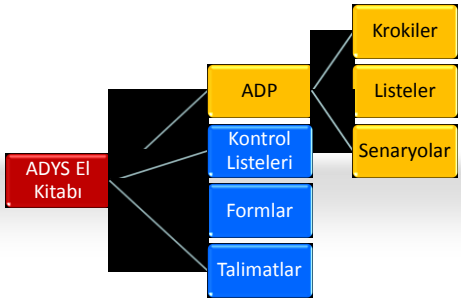
ACİLDURUMETKİZİNCİRİ



ACİLDURUMPAYDAŞLARI



ADYSYAPISI



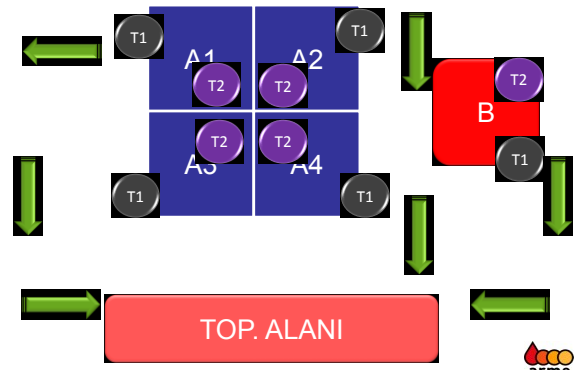
PLANFORMATI



TİPİKFONKSİYONLAR



- Uyarı
- Tahliye
- Toplanma
- Hasar Tespiti
- Müdahale
- Arama – Kurtarma

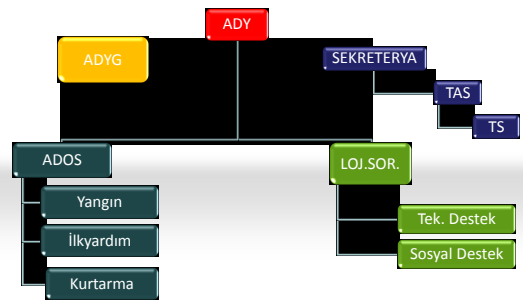


TİPİKFONKSİYONLAR



- İletişim
- Yönetim ve kontrol
- Kaynak yönetimi
- Basın ve halkla ilişkiler
- Sağlık ve tıbbi hizmetler

OLAYYÖNETİMİ



ACİLDURUMSENARYOLARI

- Zaman tanımlanmalı
- Olayın yarattığı ya da yaratacağı zarara ilişkin ipuçları içermeli
- Eldeki mevcut insan ve malzeme kaynakları tanımlanmalı
- Müdahale olanakları giderek artan oranda kısıtlanmalı



ACİL DURUM SENARYOLARI

- OKS'ni zenginleştirecek çeşitlilikte hazırlanmalı
- Katılımcıyı alternatif planlama yapacak doğrultuda yönlendirmeli
- Koordinasyona açık olmalıdır

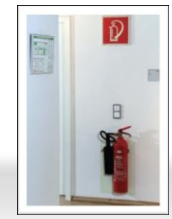
LABORATUVARLAR

- Kimyasal
- Biyolojik
- Gıda
- Medikal
- Radyolojik
- Ölçüm – Mekanik



ÖNLEMLER

- Aktif yangın güvenlik önlemleri
- Pasif yangın güvenlik önlemleri
- Yapısal güvenlik
- Kimyasal güvenliği
- Biyolojik ajan güvenliği
- Radyolojik güvenlik



ÖNLEMLER

- Eğitim
- Malzeme / KKD
- Tatbikat



KİMYASALÖNLEMLERİ

- Güvenli saklama



KİMYASALÖNLEMLERİ

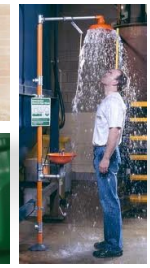
- Kimyasal özelliklerine uygun depolama



ACİLÖNLEMLER







- Duşlar
- Döküntü kitleri

KİŞİSELÖNLEMLER

- Gözlük
- Eldiven
- Tulum
- Çizme vb.





DEPREMÖNLEMLERİ



- Statik inceleme
- Bina güçlendirmeleri
- Makine, eşya, raf sabitleme
- Sismik sensör

SELÖNLEMLERİ

- Yüzyıllık sel seviye tahmini
- Jeneratör, pompa, kazan, motor vb.'nin korunması
- Arşivlerin korunması
- Kanalizasyon önlemleri



SELÖNLEMLERİ

- Kimyasal depoları
- Tahliye yolları
- Mücadele malzemesi
- Eğitim



ALERT

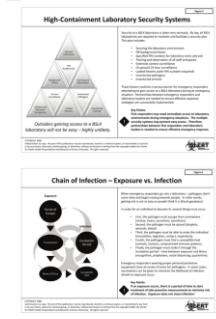
- Applied Laboratory Emergency Response Training Programme (ALERT)
  - *National Institutes of Allergy and Infectious Diseases (NIAID)*
  - *Southeast Regional Center of Excellence for Emerging Infections and Biodefense (SERCEB)*
  - *Emory University*

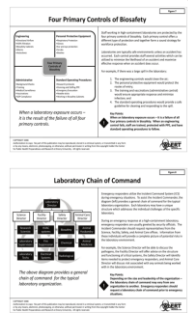
ALERT



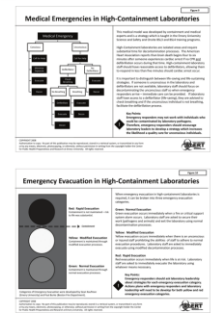


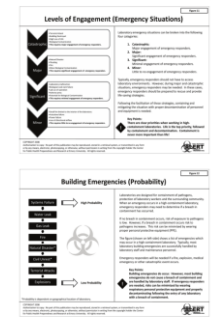
ALERT





ALERT





ALERT





TEŞEKKÜRLER





LABORATUVAR KAZALARI

Merve Ercan KALKAN, Veli DENİZ

I. ULAG
I. ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ SEMPOZYUMU VE SERGİSİ
16-18 MAYIS 2013

LABORATUVAR KAZALARI

Merve Ercan Kalkan, Veli Deniz
Kocaeli Üniversitesi,
Kimya Mühendisliği Bölümü
vdeniz@kocaeli.edu.tr

18 Mayıs 2013 - İstanbul

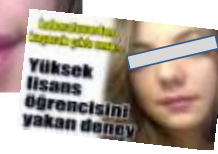
Deney tüpü patladı, Hande yandı

Bülent CİVANOĞLU- Işıl ARSLAN/ BURSA, (DHA) 16 Nisan 2013

Tavsiye Et 285 Tweetle 33 +1 2 e-posta



Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi'nde yüksek lisans öğrencisi olan 25 yaşındaki Hande Ö[redacted]yağ analizi yaptığı sırada elindeki tüpün düşüp parlaması sonucu alevler arasında kaldı.



Nisan 2013

2

Neler olabilir?

3



Formik asit- 5 gün sonra (21.10.2006)

© Dr. Cüneyt Akyıldırım Arşivinden



Sülfürik asit- 3 gün sonra (1.10.2006)

© Dr. Cüneyt Akyıldırım Arşivinden

5



Sülfürik asit- 19 gün sonra (17.10.2006)

© Dr. Cüneyt Akyıldırım Arşivinden



Kostik - 8 gün sonra
(Eylül-2006)

© Dr. Cüneyt Akyıldırım Arşivinden



Lutensol (Yüzey gerilim düşürücü, pH=9)
4 gün sonra (18.12. 2006)

© Dr. Cüneyt Akyıldırım Arşivinden



© Dr. Cüneyt Akyıldırım Arşivinden



© Dr. Cüneyt Akyıldırım Arşivinden

10



© Dr. Cüneyt Akyıldırım Arşivinden

11



© Dr. Cüneyt Akyıldırım Arşivinden

How dangerous is chemistry?

Princeton University laboratory accident sends three people to the hospital

Explosion, Fire Shake UCI Lab, Injuring Three July 24, 2001

Fire breaks out in campus lab

Fire damages chemistry lab

Something Went Wrong in CHEM 242 Class

Üniversite laboratuvarında akıl almaz kaza

Fire reported at Chemistry department

Eskişehir Anadolu Üniversitesi'nde patlama

Basında yer alan kaza haberleri

Sisler Hall, 2012

Student seriously injured after explosion in chemistry lab



http://www.alligator.org/news/local/article_570d47f8-3caf-11e1-923f-0019bb2963f4.html

Princeton Üniversitesi, 2012

Princeton University laboratory accident sends three people to the hospital



http://www.nj.com/mercer/index.ssf/2012/05/princeton_university_laborator.html

Yale Üniversitesi, 2011

A death in the lab

Fatality adds further momentum to calls for a shake-up in academic safety culture.



http://www.nature.com/news/2011/110418/full/472270a.html

Yale'de Akıl Almaz Kaza! (2011)



Amerikan Yale Üniversitesi'nde meydana gelen bu korkunç kaza 22 yaşındaki gelecek vaat eden bir öğrencinin hayatına mal oldu...

Mezuniyetine 1 ay kalan Michele, laboratuvarda "Sıvı helyumun kara madde partiküllerini tespit etmeye yarayabileceğine" dair bitirme tezi üzerinde çalışıyordu.

Boynunu sıkıştırdı

Geç saatlere kadar laboratuvarda çalışan Michele, deneyler için kullandığı bir aleti torna tezgahında yeniden şekillendirdiği sırada saçlarını makinenin dönen aksamına kaptırdı. Tezgahın tablasına boynu sıkışan öğrenci feci şekilde can verdi. Olay yerine birkaç dakika içinde gelen görevliler, Michele'in cansız bedeniyle karşılaştılar. Hastane kaynakları, öğrencinin makineye boynunu sıkıştırdığını ve nefessiz kalarak yaşamını yitirdiğini açıkladı. Michele'nin ölümü tüm okulu yasa boğdu. Trajik kaza sonrasında laboratuvar kapatıldı. Okul bir gün tatil edildi.

haber365

Missouri Üniversitesi Hidrojen Patlaması, 2010


UNIVERSITY SECURITY

Hydrogen Tank Ignited U. of Missouri Lab Explosion

http://www.campussafetymagazine.com/Channel/University-Security/news/2010/06/30/Hydrogen-Tank-Ignited-U-of-Missouri-Lab-Explosion.aspx

UCLA, Los Angles, 2008


Researcher Dies After Lab Fire

http://cen.acs.org/articles/87/web/2009/01/Researcher-Dies-Lab-Fire.html

20

Ohio Eyalet Üniversitesi, 2005


Government & Policy

FIGHTING LAB FIRES

Explosion and fire at an Ohio State University chemistry lab highlight safety issues in academia

http://pubs.acs.org/cen/news/83/i21/8321ohio.html

21

Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi'nde yangın (2012)

Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi'nin (ÇOMÜ) deney yapılmayan kimya laboratuvarında, belirlenemeyen bir nedenle patlama meydana geldi. Patlamanın ardından çıkan yangın, itfaiye ekipleri tarafından söndürüldü. ÇOMÜ Rektörü Prof. Dr. Sedat Laçiner, yangında yaralanan ve ölen olmadığını, yangının çıkış nedenin araştırıldığını belirtti.

ÇOMÜ Fen Edebiyat Fakültesi'nin 4 katlı laboratuvar binasının 3'üncü katında deney yapılmayan kimya laboratuarında dün saat 23.30 sırlarında henüz belirlenmeyen bir nedenle patlama meydana geldi. Patlamanın ardından çıkan yangın, üniversite görevlileri tarafından Çanakkale Belediyesi İtfaiyesi ekiplerine bildirildi. Laboratuvarda patlamaların devam etmesi üzerine üniversiteye giriş çıkışlar kapatılırken, polisler çevrede güvenlik önlemi aldı. İtfaiye ekiplerinin 45 dakikalık müdahalesinden sonra yangın kontrol altına alınarak söndürüldü. (DHA)

Hürriyet

22

İTÜ Ayazağa Kimya Bölümü Laboratuvar Yangını (2010)



İTÜ yangınından görüntüler (17 Mart 2010)

Ah şu "elektrik kontağı yok" mu?

23

Anadolu Üniversitesi'nde Patlama, (2010)

Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi'ndeki kimya laboratuarında bulunan buzdolabı patladı. Ölen ya da yaralanın olmadığı olayda çıkan yangını itfaiye ekipleri söndürdü. *4 Eylül 2010*

*Yunus Emre Kampüsü'ndeki Fen Fakültesi'nde saat 12.00 sıralarında meydana gelen olayda ikinci kattaki kimya laboratuarında buzdolabı patladı. **Motorunun aşırı ısınması** nedeniyle patladığı sanılan buzdolabının parçaları etrafa saçıldı. Ölen ya da yaralanın olmadığı olayda çıkan yangını Anadolu Üniversitesi ve Büyükşehir Belediyesi itfaiye ekipleri müdahalede bulunarak söndürdü.*

Milliyet.com.tr

24

Marmara Üniversitesi Laboratuvarında Endişelendiren Kaza (2010)

Marmara Üniversitesinin (MÜ) Kimya Laboratuvarında Yere Dökülen Kimyasal Maddeden Etkilendikleri Şüphesiyle 5 Kişi, Tedbir Amaçlı Olarak Hastaneye Kaldırıldı *15 Ekim 2010*

Alınan bilgiye göre, Fen Edebiyat Fakültesinde ders sırasında bir firma yetkilisince deney amaçlı olarak kimya laboratuvarına getirilen ve içinde 'piridin' adlı kimyasal madde bulunan tüpün yere düşürülerek kırılması sonucu, söz konusu madde etrafa yayıldı.

Olay, üniversite yönetimince itfaiyeye ve sağlık ekiplerine bildirilirken, laboratuvarda bulunan, biri firma yetkilisi 5 kişi, kimyasal maddeden etkilendikleri şüphesiyle tedbir amaçlı Göztepe Eğitim ve Araştırma Hastanesine kaldırıldı. Söz konusu kişilerin sağlık durumlarının iyi olduğu öğrenildi. İtfaiye ekipleri, kimyasal maddenin döküldüğü laboratuvarda temizlik çalışması yaptı.

Hürriyet

Bir öğrenci kör oldu.. (2008)



Selçuk Üniversitesi (SÜ) Kimya Bölümü 3. sınıf öğrencisi Yasemin [redacted]'nın, sınav için girdiği kimya laboratuvarında reaksiyona giren deney atıklarının patlaması sonucu bir gözü kör oldu.

Yasemin [redacted] 28 Şubat 2008 tarihinde uygulama sınavı için 10 arkadaşıyla birlikte kimya laboratuvarına girdi. Sınavın 5. dakikasında bir patlama meydana geldi. Patlayan deney tüplerinin parçaları genç kızın sağ gözüne isabet etti. Gözü kanlar içerisinde kalan öğrenci, SÜ Meram Tıp Fakültesi Hastanesi'ne kaldırıldı. Ameliyata alınan Arı'nın gözünden cam parçacıkları çıkarıldı. Ancak, genç kızın gözünün kör olduğu öğrenildi.

HABERLER.COM

Üniversite Laboratuvarında Patlama (2002)

İstanbul Maslak'ta, İstanbul Teknik Üniversitesi'nin laboratuvarında meydana gelen patlamada, 2 kişi yaralandı.

İSTANBUL - İstanbul Maslak'ta, İstanbul Teknik Üniversitesi'nin laboratuvarında meydana gelen patlamada, 2 kişi yaralandı. Patlamada öğrenci Erkan [redacted] ile öğretim görevlisi Doç. Dr. [redacted] yaralandı. İstanbul Üniversitesi İstanbul Tıp Fakültesi Hastanesi'ne kaldırılan yaralılardan Koç, ayaktaki tedavisinin ardından taburcu olurken öğretim görevlisi ise tedavi altına alındı. Patlamanın nedeni hakkında herhangi bir açıklama yapılmadı. **(İHA),** **24 Eylül 2002**

İlköğretim

(2012)



İlköğretim

Sınıfta Deney Tüpü Patladı, (2011)

Fen Bilgisi Teknoloji Dersinde Yapılan Deney Sırasında Civa Tüpünün Kırılması Sonucu Yayılan Gazdan Etkilenen 40 İlköğretim Öğrencisi Hastaneye Kaldırıldı.

Van'ın Özalp İlçesi'ne Bağlı Aşağıtulgalı Köyü İlköğretim Okulu'nda Fen Bilgisi dersinde yapılan deney sırasında civa tüpünün kırılması sonucu yayılan gazdan etkilenen 40 ilköğretim öğrencisi hastaneye kaldırıldı. Öğrencilerin, 12 saat gözetim altında tutulacağı belirtildi.

Van Milli Eğitim Müdürü Ali İhsan Sayılır da hastaneye gelerek öğrencileri ziyaret etti. Öğrencilerinin durumunun iyi olduğunu belirten Sayılır, hayati tehlikelerinin bulunmadığını söyledi.

HABERLER.COM

İlköğretim

Deney tüpü patladı, 3 öğrenci yaralandı, (2010)

HAKKARİ'nin Çukurca İlçesi'ndeki bir ilköğretim okulunun fen laboratuvarında 8'inci sınıf öğrencilerinin yaptığı deney sırasında patlama meydana geldi.

Ellerinde ve yüzlerinde yanıklar oluşan 3 öğrenciden 2'si Hakkari Devlet Hastanesi'nde tedavi altına alındı.

Milliyet.com.tr

Okulda deney tüpü patladı, (2008)

İlköğretim

Ankara'nın Kazan ilçesinde Tahsin Şahinkaya İlköğretim Okulunda fen laboratuvarında deney tüpünün patlaması sonucu 2 öğrenci hafif yaralandı.

Kazan'da 4. Ana Jet ÜS Komutanlığı yerleşkesindeki Tahsin Şahinkaya İlköğretim Okulundaki fen laboratuvarında deney yapıldığı sırada ***deney tüpü patladı.*** *Patlama sonucu adları öğrenilemeyen 2 öğrenci ellerinden hafif şekilde yaralandı. Yaralı öğrenciler, Ankara'daki hava hastanesinde tedavi altına alındı.* ***(AA)***

Hürriyet

31

Laboratuvar güvenliği

"Laboratuvarda yürütülen faaliyetler esnasında çalışanın kendisini, birlikte çalıştığı kişileri, çevreyi ve çalışma ortamını korumak üzere, çalışma öncesinde, çalışma sırasında ve sonrasında belirli laboratuvar kurallarına uyulması, laboratuvar altyapı ve donanımlarından en uygun şekilde yararlanılması"



32

Laboratuvar Kazaları

- Akademik laboratuvar kazaları
  - Yurtdışındaki laboratuvar kazaları
  - Yurtiçindeki laboratuvar kazaları
- Endüstriyel laboratuvar kazaları
  - Yurtdışındaki laboratuvar kazaları
  - Yurtiçindeki laboratuvar kazaları

33

Laboratuvar kazaları



- CSB (Chemical Safety Board) 2001'den bu yana yaklaşık 120 laboratuvar kazası hakkında ön-araştırma yapıldığını açıklamıştır.

34

Yurtdışındaki laboratuvar kazaları



Teksas Teknik Üniversitesi'nde patlama, 7 Ocak 2010
Bir yüksek lisans öğrencisi üç parmağını kaybetmiş, elleri ve yüzü yanmış, bir gözü zarar görmüştür.

CSB'nin Teksas Üniversitesi Kaza Raporu



http://www.csb.gov
http://www.csb.gov/assets/1/19/CSB_Study_TTU_.pdf

36

Teksas Teknik Üniversitesi'ndeki patlama öyküsü:

- Üniversitenin Kimya ve Biyokimya Bölümü'nde, Ulusal Güvenlik Bakanlığı tarafından desteklenen **"enerji yüklü/erkeli malzemeler (energetic materials)"** ile ilgili bir çalışma yürütülüyordu.
- Araştırmacı, "enerji yüklü/erkeli malzemeler" konusunda herhangi bir eğitim almadığını ancak literatürü gözden geçirdiğini belirtmiştir.

Teksas Teknik Üniversitesi'ndeki patlama öyküsü:

- Proje yürütücüleri tarafından, güvenlik nedeniyle ancak 100 miligram bileşen sentezlenmesine izin verilebileceği bir grup araştırmacıya sözlü olarak bildirilmiştir.
- Ancak sentezlenen Nikel Hidrazin Perklorat (NHP), 50-300 miligram civarındaydı .
- Malzemenin çeşitli özelliklerini belirlemek üzere analizler yapılıyordu ve tüm analizleri tamamlamak için birçok kez sentez yapmak gerekiyordu.

Teksas Teknik Üniversitesi'ndeki patlama öyküsü:

Araştırmacılar (iki YL öğrencisi), tek bir aşamada tüm testleri yapabilecek kadar malzeme sentezlemek üzere ölçeği yaklaşık 10 grama kadar büyütmeye karar verdiler!!

Sentezlenen üründe topaklanma gözlenmiş ve araştırmacı NHP'nin yarısını bir havana aktararak hekzan ekleyip yavaşça ezerek topakları dağıtmak istemiştir..



Teksas Teknik Üniversitesi'ndeki patlama öyküsü:

Az sonra, araştırmacı çalışmaya ara vermiş, koruyucu gözlüğü çıkararak tezgahtan ayrılmıştır.

Daha sonra "son bir kez daha" bu işlemi yapmak üzere havanın başına geçmiş, ancak gözlüğünü takmamış ve bu esnada da patlama gerçekleşmiştir!!



CSB'nin kaza raporu'ndaki öneriler

- Akademik kurumlar, fiziksel ve kimyasal tehlikeler de dahil olmak üzere tüm güvenlik risklerinin belirlendiğinden emin olmalıdır.
- Araştırmalara özgü tehlikelerin değerlendirildiğinden ve indirgendiğinden emin olunmalıdır.
- Akademik dünyada, laboratuvarlardaki çalışmalara yönelik tehlikeleri yönetmek üzere kullanılacak kapsamlı kılavuzların eksikliği dikkat çekmektedir.
- Araştırmaya özgü yazılı protokollere ve eğitime gereksinim duyulmaktadır.
- Laboratuvar güvenlik denetçilerinin belirlenen bir kişi, ya da makama doğrudan bildirimde bulunmalı.
- Ramak kalalar ve yaşanan olaylar dökümante edilmek, izlenmek ve paylaşılmak kaydıyla eğitim ve gelişim için bir fırsat olarak görülmelidir (CSB, 2010).

Yurtdışındaki laboratuvar kazaları



Ohio Eyalet Üniversitesi
Kimya Laboratuvarı yangını, 8 Nisan 2005
yaklaşık 300.000 $'lık zarar..

Government & Policy, 83:21

Ohio Eyalet Üniversitesi


Government & Policy

FIGHTING LAB FIRES

Explosion and fire at an Ohio State University chemistry lab highlight safety issues in academia

http://pubs.acs.org/cen/news/83/i21/8321ohio.html

Ohio Üniversitesi Patlama ve Yangını

- 8 Nisan 2005 Cuma akşamı, yüksek lisans(master) öğrencileri Profesör Coleman'ın kimya laboratuvarında günlük işlerini bitirmekteydiler.
- Bazı öğrenciler tezgahta çalışmakta, diğerleri ise hekzanın çözücü (solvent) depolama kabinine aktarılmasına yardım etmekteydi.. Bu sırada patlama oldu ve yangın başladı.

Kaza sonrası öğrencilerin ifadeleri:

A: çözücü şişelerini raflara yüklüyordum ve 12. şişeyi rafa koyduğu anda raf çöktü. Üzerim sırılsıklam oldu ve zeminde oldukça fazla miktarda hekzan birikmeye başladı.

Kolumda küçük bir kesik olduğunu farkettim ve ardından 5 dakika içinde de patlama gerçekleşti..

B: Laboratuvarda daha önce birkaç kez yangın söndürmüştük ancak patlamanın büyüklüğü nedeniyle laboratuvara geri dönmeyi düşünmedik..

Kaza sonrası müdahale

- Öğrenciler cep telefonlarını kullanarak 911'i ve Coleman'ı aramış, Coleman kampüsün diğer ucundan itfaiyeyi karşılamak üzere olay yerine gelmiştir.
- Coleman'ın laboratuvarda bulunan kimyasallar ile ilgili detaylı bilgilendirmesi sonucu itfaiyeciler başlangıçta kullanmış oldukları **su ile söndürmeyi durdurmuş**, önce kuru kimyasal tozlar ile ve sonra da kimyasal köpük ile söndürmeye devam etmişlerdir.

Kaza sonrası tartışma

- Patlamanın **statik elektrik, bir motor veya anahtardan çıkan kıvılcım** gibi çok sayıda tutuşturma kaynağı tarafından tetiklenmiş olabileceğini belirtilmiştir.
- Koruyucu bir önlem olarak laboratuvarların **bir acil durum kapatma düğmesi** ile donatılması gerektiğini ifade etmiştir.
- Çözücü depolama kabinleri ise dikkatin yoğunlaştığı bir başka noktadır. Coleman, depolama kabinlerinin iyi havalandırılmalarına rağmen **bulunmaması gereken bir yerde**, **bir dondurucunun yakınında** olduğunu belirtmiştir.

Kaza sonrası tartışma

- Başka bir görüş ise kabinin içine yanlış rafların monte edildiğidir. Yapılan incelemede kabin ve raf üreticisinin farklı firmalar olduğu görülmüştür.
- Uzmanlar, yapılacak rutin denetimlerle bu durumun tespit edilebileceğini belirtmişlerdir.
- Son olarak itfaiye şefi, Coleman'ın olay yerinde bulunması nedeniyle oldukça şanlı olduklarını, itfaiyecilerin böylece içeride bulunan malzemelerin ne olduğunu bilerek olay yerine güvenli bir şekilde girdiğini, aksi takdirde binayı yanmaya terketmek zorunda kalacaklarını belirtmiştir.

Prof. Dr. Çakıl Erk
Dicle Üniversitesi (1978)



*Dr. Erk o sırada taç eterler (crown ethers) üzerinde çalışmaktaydı ve Doçent idi. Pazar günü laboratuvarda yalnız başına cam deney düzeneği ile peroksitli bileşikler kullanarak deney yapmakta iken hiçbir kişisel koruyucu kullanmamıştı. Patlayan deney düzeneğinden dağılan cam parçaları nedeniyle yaralanmış ve ne yazık ki **bir gözünü kaybetmiştir**.*

Kaza kayıtlara geçmediği gibi Çakıl Erk'in çok yakın arkadaşları bile kendisini üzmemek için kazanın nedenlerini sorma cesareti gösterememişlerdir.

Kocaeli Üniversitesi Kimya Bölümü'ndeki kimyasal (brom) saçılması, (2007)

*Araştırma görevlisi cam brom şişesinin sıkışan kapağını açmaya çalışırken, **şişe kırılmış**, brom yere dökülmüş, eline ve üstüne de bir miktar sıçramıştır…*

***9 gün** süren **yanık** tedavisinin ardından **doku transferi** yapılmış ve ancak **15 seans** fizik tedavi sonucunda el fonksiyonlarını geri kazanabilmiştir.*

Akademik araştırma laboratuvarlarında güvenlik ve sorumluluk

Akademik dünyadaki kimya laboratuvarlarında birçok yetkin ve aydın bilim adamı bulunmasına rağmen, kaza oranının endüstriyel laboratuvarlara oranla **10 ile 50 kat daha yüksek** olduğu tahmin edilmektedir (Furr, 2000).

Kaynak: Furr, A. K., "Laboratory Operations", *CRC handbook of laboratory Safety, Part 4*

Laboratuvar güvenliği için tehditler

- Alışkanlıklar
- Akademik alanda "ben biliyorum", "bana bir şey olmaz" anlayışı
- Artan deneyim ve kıdem ile birlikte gelen aşırı güven
- Güvenlik önlemleri ve denetlemelerinin "bağımsız çalışmayı" engelleyeceği düşüncesi

Bizde neden yok?



Bizde de olamaz mı?



http://www.kuniv.edu/ku/Resources/SafetyandsecurityDepartment/index.htm

Bizde de olamaz mı?



http://www.mdc.edu/wolfson/academic/sciences/nat_science/Documents/chmsafety.htm

Laboratuvar güvenliği için öneriler

- **Güvenlik kültürü** ve üst yönetimin **(KİM? Bilen var mı?)** desteği
- Akademik çevrelerde güvenlik eğitimine özellikle önem verilmeli, öğrenci ve akademisyenlerde **davranış değişikliği** sağlanmaya çalışılmalı **(NE dersiniz? Hazır mıyız?)**
- **Uygulanabilir**, **gerçekçi** güvenlik talimatları oluşturulmalı.
- Tüm laboratuvarlarda tehlike değerlendirmesi yapılarak sadece gerekli önlemler alındıktan sonra çalışmaya başlanmalı.

Laboratuvar güvenliği için öneriler

- Özellikle araştırma laboratuvarlarında her bir yeni proje/araştırma için yeni **tehlikelerin ve riskin** olup olmadığı analiz edilmeli (Değişiklik yönetimi gibi).
- Güvenlik konusunda yapılacak eğitimler düzenli ve sürekli olmalı, her kademeden araştırmacıyı kapsamalı.
- Yaşanan kazalar **paylaşılmalı** ve kazalardan **çıkarılan dersler paylaşılabilmeli, tartışılabilmeli**.
- Sözkonusu paylaşımın yapılabileceği veritabanları oluşturulmalı ve güncel olarak izlenmelidir. Daha güvenli bir laboratuvar ortamı ancak böyle bir **düşünsel model (paradigma) değişimi** ile sağlanabilir.





LABORATUARLARDA MESLEK HASTALIKLARI

Dr. Engin TUTKUN

LABORATUARLARDA MESLEK HASTALIKLARI

Dr. Engin TUTKUN, M.D., Ph.D
S.B. Ankara Meslek Hastalıkları Hastanesi Başhekim Yard.

Türkiye'de Durum 2010 Verileri

Sigortalı işçi sayısı:	10.000.000
Saptanan Meslek Hastalığı Sayısı:	564
Saptanan Meslek Hastalığı Oranı:	Yüzbinde 5
Beklenilen Meslek Hastalığı Sayısı:(Binde4-12)	40.000-120.000

2011.... 697

TUİK 2007 Araştırması

İş kazası(Binde 28):280.000
Meslekle ilişkili rahatsızlık(Binde 37):370.000

Sigortasız işçi, kendi hesabına çalışanlar ve memurlardan oluşan 13.000.000 kişi dahil edilmemiştir.

2

Meslek Hastalığı Nedenli Ölümler

MESLEKİ KANSER ÖLÜMLERİ İLE İLGİLİ ELDE EDİLEN BİLGİLERİN TÜRKİYE'DE ELDE EDİLEBİLEN VERİLERE YANSITILMASI*

ÖLÜM NEDENLERİ (KOD)	ÖLÜMLER*	MESLEKİ OLMA SIKLIĞI %**	MİNİMUM HESAPLAMA
KANSERLER(45-61)	14247	6-10	854
KAH VE SVO HAST. (81-88)	33376	5-10	1668
KR. SOLUNUM SİSTEMİ HAST. (93)	4950	10	495 Toplam:3017

* Elde edilebilen veriler hastanelerde yatan ve ölen hastaların sayılarıdır. Sağlık İstatistikleri 2006; (Sağlık Bakanlığı Resmi İstatistik Web Sayfası) www. Saglik.gov.tr
** Leigh JP et al. Occupational Injury and Illness in The United States; Arch Intern Med 1997; 157: 1557-68

SSK İSTATİSTİK YILLIĞI 2006

2006 Meslek Hastalığı nedenli ölüm sayısı: 9(dokuz)

2008 Meslek Hastalığı nedenli ölüm sayısı: 1(bir)








01/04/2006


11/09/2007






01/04/2006


11/09/2007









İş sağlığı ve güvenliği ilk kez müstakil bir kanunda ele alındı.

İş Kanunu:
- 3008 sayılı, 1936
- 931 sayılı, 1967
- 1475 sayılı, 1971
- 4857 sayılı, 2003



6331 sayılı
"İş Sağlığı ve Güvenliği Kanunu"
30 Haziran 2012

İSG uzmanı Şengül COŞAR'a teşekkürlerimizle

Kamu ve özel sektör gözetmeksizin tüm çalışanlar kanun kapsamına alındı.

Kapsam:
Sayı sınırı olmaksızın,
Memur, işçi, işveren, çırak, stajyer tüm çalışanlar,
Kamu ve özel sektöre ait bütün işler ve işyerleri,
Tarım vb. dahil tüm işkolları

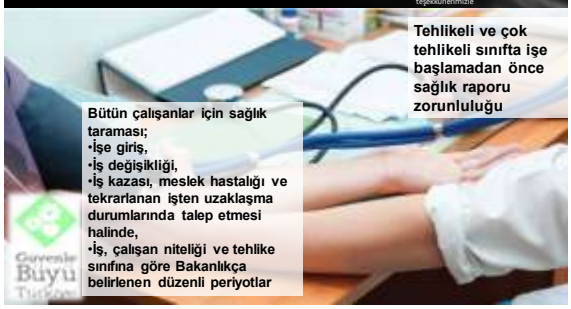
İstisna:
TSK, emniyet, afet müdahale ekipleri, ev hizmetleri, kendi nam ve hesabına tek başına çalışanlar



İSG uzmanı Şengül COŞAR'a teşekkürlerimizle

Çalışanlar belli aralıklarla sağlık gözetiminden geçirilecek.

ISG uzmanı Şengül COŞAR'a teşekkürlerimizle



Tehlikeli ve çok tehlikeli sınıfta işe başlamadan önce sağlık raporu zorunluluğu

Bütün çalışanlar için sağlık taraması;
- **İşe giriş,**
- **İş değişikliği,**
- **İş kazası, meslek hastalığı ve tekrarlanan işten uzaklaşma durumlarında talep etmesi halinde,**
- **İş, çalışan niteliği ve tehlike sınıfına göre Bakanlıkça belirlenen düzenli periyotlar**

Çalışan, ciddi ve yakın tehlikeyle karşı karşıya kaldığında çalışmaktan kaçınma hakkını kullanabilecek.



ISG uzmanı Şengül COŞAR'a teşekkürlerimizle

Hayati tehlike durumunda işyerlerinin tamamında veya bir bölümünde iş durdurulabilecek.



Maden, metal ve yapı işleri ile tehlikeli kimyasallarla çalışılan sektörler veya büyük endüstriyel kazaların olabileceği işyerlerinde risk değerlendirmesi yapılmamış ise iş durdurulabilecek.

ISG uzmanı Şengül COŞAR'a teşekkürlerimizle

KAMU KURUMLARI	
Tarım ve Köyişleri Bak.	Tarla Bitkileri Altyapı Geliştirme Projesi
Tarım ve Köyişleri Bak.	Toprak - Gübre ve Su Kaynakları Merkez Araştırma Enstitüsü
Tarım ve Köyişleri Bak.	Lalahan Biyoteknoloji Merkezi
Tarım ve Köyişleri Bak.	Meyve-Asma Bazı Materyalleri Ar-Ge Merkezi
Sağlık Bakanlığı	Pankreas Adacık Hücre İzolasyonu Merkezi
Sağlık Bakanlığı	Bağışıklık Deneysel Araştırma ve Beceri Geliştirme Merkezi
TÜBİTAK	Gıda Moleküler Biyolojisi Laboratuvarı
TÜBİTAK	Türkiye'de Enzim Endüstrisi Mikroorganizma Kaynağı Merkezi
TÜBİTAK	Türkiye'ye Özgü Küf Koleksiyonunun İyileştirilmesi ve Kullanılması Arş.Alt.
TÜBİTAK	Yenilikçi Gıda İşleme Teknolojileri İçin Pilot Tesis
TÜBİTAK	Proteinik Ateşleyici Kapsül Geliştirme Altyapısı
TÜBİTAK	SiGeBiCMOS Tümdevre Üretim Sürecinin Geliştirilmesi
TÜBİTAK	Deniz Araştırmaları Mükemmeliyet Merkezi
TÜBİTAK	Hibrid Araç Teknolojileri Mükemmeliyet Merkezi
TÜBİTAK	Uzay Güvenilirlik Altyapısı
TÜBİTAK	Delici ve Delme Etkinliği Geliştirme Altyapısı
TÜBİTAK	Proteom Çalışmaları Merkezi
TÜBİTAK	Fonksiyonel Gıdalar ve Klinik Araştırmalar Laboratuvarı

TÜBİTAK	Yüksek Teknoloji Uygulamaları İçin LİDAR Geliştirilmesi
TÜBİTAK	Organik Elektronik-OLED Teknolojisi Altyapısı
TÜBİTAK	Araç Laboratuvarı
TÜBİTAK	Katot ve Mikrodalga Vakum Tüp Altyapısı
TÜBİTAK	Kuantum Kriptoloji Araştırma Merkezi
TÜBİTAK	Anten Test Araştırma Merkezi
TÜBİTAK	Biyogüvenlik Seviye 3 Laboratuvarı
TÜBİTAK	Ulusal Gıda Yenilik Merkezi
TÜBİTAK	Ulusal 1 MV Hızlandırmış Kütle Spektroskopisi Laboratuvarı
TÜBİTAK	Çevresel Testler Merkezi
TÜBİTAK	Yazılım Test ve Kalite Değerlendirme Merkezi
TÜBİTAK	Çoklu Ortam Güvenlik Sistemleri Altyapısı
TÜBİTAK	Arayıcı Başlık Test Merkezi
TÜBİTAK	Hall Etkili İtki Motoru Geliştirme Altyapısı
TÜBİTAK	Elektrik Enerjisi Depolama Teknolojileri Ar-Ge Merkezi
TÜBİTAK	Konuşma ve Dil Teknolojileri Araştırma Merkezi
TÜBİTAK	İleri Genom ve Biyoenformatik Araştırma Merkezi
TÜBİTAK	Gıda Güvenliğinde Erken Teşhis Tanı ve Risk Değerlendirme Mrk.

TÜBİTAK	Gaz Teknolojileri Ar-Ge Merkezi
TÜBİTAK	Ankara Ses Altı Rüzgar Tüneli Altyapısı
TÜBİTAK	İç Balistik Tasarım Altyapısı
TAEK	Proton Hızlandırıcı Tesisi
MKEK	Pilot Ölçekli Duyarsız Patlayıcı Altyapısı
DEVLET ÜNİVERSİTELERİ	
Abant İzzet Baysal	Yenilikçi Gıda Teknolojileri Geliştirme Merkezi
Adnan Menderes	Tarımsal Biyoteknoloji ve Gıda Güvenliği Ar-Ge Merkezi
Afyon Kocatepe	Endüstriyel Otomasyon Teknolojileri Geliştirme Merkezi
Akdeniz	Endüstriyel ve Medikal Uygulamalar Mikrodalga Araştırma Merkezi
Akdeniz	Gıda Güvenliği ve Tarımsal Araştırmalar Merkezi
Akdeniz	Organ Nakli Ar-Ge Merkezi
Anadolu	Havacılık Araştırma Merkezi
Anadolu	Raylı Sistemler Araştırma Merkezi
Ankara	Biyoteknoloji Enstitüsü
Ankara	Radyasyon Uygulamaları ve Teknolojileri Geliştirme Projesi
Ankara	Hızlandırıcı Merkezi ve Test Laboratuvarı

Ankara	Ülkemiz Önemli Bitkisel Gen Kaynaklarının Muhafazası
Ankara	Süperiletkenlik Araştırma Merkezi
Ankara	Viral Zoonozlar Tanı ve İleri Araştırma Laboratuvarı
Atatürk	Doğu Anadolu Gözlemevi
Boğaziçi	Depreme Hazırlık Eğitim ve Öğretimi Merkezi
Boğaziçi	Deprem Öncesi ve Sonrası Afet Yönetimi
Boğaziçi	İleri Teknoloji AR-GE Merkezi
Boğaziçi	Deprem İzleme Merkezi
Boğaziçi	İstanbul Deprem Erken Uyarı-Acil Amaçlı AR-GE Merkezi
Boğaziçi	Telekitişim ve Enformatik Alan Araştırmacı ve Akademisyen Yetiştirme Merk.
Boğaziçi	Hidrokarbonlardan Katalitik Hidrojen Üretim Teknolojileri Laboratuvarı
Boğaziçi	Yaşambilim Araştırma Merkezi
Çanakkale Onsekiz Mart	Gözlemevi Büyük Teleskop Projesi
Çukurova	Tarımsal Biyoteknoloji Araştırma Altyapısı
Dokuz Eylül	İleri Biyomedikal Ar-Ge Merkezi
Dokuz Eylül	Elektronik Malzemeler Üretim ve Uygulama Merkezi
Dumlupınar	Araştırma ve Tasarım Merkezi
Ege	Farmasötik Bilimler Araştırma Merkezi

Ege	Biyobenzer Ürünler Araştırma Merkezi
Ege	Güneş Enerjisi Enstitüsü
Erciyes	Radyo Astronomi Gözlemevi
Erciyes	Endüstriyel Teknolojiler Araştırma, Uygulama ve Eğitim Merkezi
Gazi	İmmünoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi
Gazi	İleri Teknolojiler Ar-Ge Merkezi
Gazi	İleri Araştırma ve Eğitim Programları
Gazi	Nanotıp Araştırma Merkezi
Gazi	Linyit Ar-Ge Çalışmaları Laboratuvarı
Gazi	Fotonik Araştırma Merkezi
Gazi	Plazma Teknolojileri İleri Araştırma Merkezi
Gaziantep	Gıda Ürünleri Araştırma Geliştirme Merkezi
Gebze Yüksek Tek.Ens.	Nanoteknoloji Araştırma Merkezi
Gebze Yüksek Tek.Ens.	Nano-Manyetizma Araştırma Merkezi
Hacettepe	Hacettepe Ar-Ge Merkezi
Hacettepe	Pediatrik Kök Hücre Ar-Ge ve Hücresel Tedavi Merkezi
Hacettepe	Nörogörüntüsel Radyoloji Ünitesi
Hacettepe	Transgenik Hayvan Araştırmaları Laboratuvarı
Hacettepe	Doğa Koruma ve Biyoçeşitlilik Ar-Ge Merkezi

Harran	Yumuşak ve Sert Çekirdekli Meyveler Ar-Ge ve Uygulama Merkezi
Harran	Tam Otomatik Sera Kompleksi Ar-Ge ve Uygulama Merkezi
Harran	Biyoteknoloji Araştırma Merkezi
Harran	Yüksek Başarımlı Bilgi İşlem Araştırma Merkezi
Harran	GAP Yenilebilir Enerji ve Enerji Verimliliği Ar-Ge Merkezi
İstanbul Teknik	Uydu Yer Terminali Projesi
İstanbul Teknik	Yüksek Teknoloji Seramikler ve Kompozitler Araştırma Merkezi
İstanbul Teknik	Otomotiv Sanayiiçin AR-GE Merkezi
İstanbul Teknik	Mekatronik Eğitim ve Araştırma Merkezi
İstanbul Teknik	İleri Araştırma ve Eğitim Programları
İstanbul Teknik	Rotorlu Hava Araçları Araştırma ve Uygulama Merkezi
İstanbul Teknik	Ulusal Yüksek Başarımlı Hesaplama Merkezi
İstanbul Teknik	Bilim Parkı
İstanbul Teknik	Nanobilim ve Nanoteknoloji İleri Araştırmalar Merkezi
İstanbul Teknik	Mineraloji- Maden Yatakları Araştırma Merkezi
İstanbul Teknik	Membran Teknolojileri Merkezi
İstanbul Teknik	RF/ Kargılı İşaret Araştırma Merkezi
İstanbul	İleri Litografik Yöntemler Laboratuvarı

İstanbul	Gıda Antioksidanları Araştırma Merkezi
İzmir Yüksek Tek. Ens.	İzmir Cevresi Çevre Referans Ar-Ge Merkezi
İzmir Yüksek Tek. Ens.	Yüksek Teknoloji Ar-Ge ve Eğitim Merkezi
İzmir Yüksek Tek. Ens.	Jeotermal Enerji Ar-Ge ve Test Eğitim Merkezi
İzmir Yüksek Tek. Ens.	Biyoteknoloji ve Biyomühendislik Araştırmaları Merkezi
İzmir Yüksek Tek. Ens.	Kütle Spektrometre Merkezi
İzmir Yüksek Tek. Ens.	Kompozit Malzemeler Araştırmaları Merkezi
İzmir Yüksek Tek. Ens.	Uygulamalı Kuantum Araştırma Merkezi
K.Maraş Sütçü İmam	Araştırma Sera Altyapısı
Kocaeli	İleri Disiplinler Arası Araştırmalar Laboratuvarı (İDEAL)
Kocaeli	Medikal Elektro-optik Sistemler Araştırma Merkezi
Marmara	İleri Üretim ve Yönetim Teknolojileri Merkezi
Marmara	Mekatronik Sistemler İmalat Otomasyonu Altyapı
Marmara	Genetik ve Metabolik Hastalıklar Araştırma ve Uygulama Merkezi
Mimar Sinan	Sinema Kültür Merkezi Ar-Ge Altyapısı
Mustafa Kemal	Deneysel Araştırmalar Merkezi
Orta Doğu Teknik	Moleküler Biyoloji-Biyoteknoloji AR-GE Merkezi
Orta Doğu Teknik	ODTÜ-BİLTİR Merkezi Endüstriyel Tasarım ve İmalat Altyapısı

KİMYASAL RİSKLER

An Overview of IARC Classifications

Kurt Straif, IARC

EVIDENCE IN EXPERIMENTAL ANIMALS

EVIDENCE IN HUMANS	*Sufficient*	*Limited*	*Inadequate*	*ESLC*
Sufficient	Group 1 *(carcinogenic to humans)*			
Limited	Group 2A *(probably carcinogenic)*	Group 2B *(possibly carcinogenic)* (exceptionally, Group 2A)		
Inadequate	Group 2B *(possibly carcinogenic)*	Group 3 *(not classifiable)*		
ESLC				Group 4

- OSHA'ya göre laboratuvarlarda kullanılan 400'ü aşkın kimyasal bulunmaktadır.
- EMİSYONA KATKIDA BULUNAN LABOTUVAR İŞLEMLERİ
  - Kromatografi
  - Distilasyon
  - Refluks işlemi
  - Solventlerin ısıtılması
  - Kimyasalların taşınması ya da dökülmesi
  - Kapakların ve beherlerin düzgün kapatılmaması
- Kaliforniya Üniversitesi Laboratuvarları'nda yapılan emisyon ölçümlerinde çıkan sonuçlara göre en sık ve en yüksek konsantrasyonda görülen kimyasallar:

KARSİNOJENİTE

BENZEN	METİLKLOROFORM
1,3-BUTADİEN	METİLEN KLORİD
KARBON TETRAKLORİD	PERKLOROETİLEN
1,4-DİOKSAN	TOLUEN
ETİLEN GLİKOL BÜTİL ETER	TRİKLOROETİLEN
FORMALDEHİD	KSİLEN
METANOL	

Bunların dışında;

GRUP 1…

Asetaldehid, Benzidin, Berilyum ve berilyum bileşikleri, Kadmiyum ve kadmiyum bileşikleri, Klorludibenzodioksin ve dibenzofuranlar, Krom VI, Nikel bileşikleri, Akrilamid, Poliklorlanmış bifeniller, Vinil klorid

GRUP 2A ve 2B…

Arsenik ve arsenik bileşikleri, Hidrazin, Hekzaklorobenzen, Hekzan, Kurşun ve kurşun bileşikleri, Asetamid, Akrilonitril, Anilin türevleri, Kloroform, İzosiyanatlar, Poliklorofenoller

NÖROTOKSİSİTE-1

Değişik mekanizmalarla sinir sisteminde yapısal ya da işlevsel hasar oluşturan laboratuvar kimyasalları:

- METAL ve INORGANIK BILEŞIKLER
- Metil civa, etil civa, civa ve civa bileşikleri
- Arsenik ve arsenik bileşikleri
- Kurşun ve kurşun bileşikleri

NÖROTOKSİSİTE-2

Değişik mekanizmalarla sinir sisteminde yapısal ya da işlevsel hasar oluşturan laboratuvar kimyasalları (devam):

- ORGANIK ÇÖZÜCÜLER
  - Benzen
  - Karbon disülfid
  - Kloroform
  - N-hekzan
  - Siklohekzan, siklohekzanol
  - Metanol
  - Metil etil keton
  - Toluen, ksilen
  - Trikloroetilen, tetrakloroetilen
  - Vinil klorid
  - Etanol, etilen glikol

DİĞER INORGANIK MADDELER

- * Akrilamid
- * Akrilonitril
- * Anilin
- * Etilen
- * Etilen oksit
- * Poliklorlu bifeniller

MADDE	ENDÜSTRİYEL UYGULAMALAR	ETKİLER
ALUMİNYUM	Metal alaşımlarında, içme suyu dezenfeksiyonunda, tıpta	Demans
ARSENİK	Pestisitlerde, odun koruyucularda, madencilik faaliyetlerinde	Periferik Nöropati
BARYUM	Boyalarda, cam sanayide, pestisitlerde	Hipokalemik Paralizi
KOBALT	Pigmentlerde, histolojik boyalarda, kurutma solüsyonlarında	Olası vizuel bozukluklar
KURŞUN	Akü ve pil yapımında, alaşımlarda, boyalarda	Çocuklarda ensefalopati, erişkinlerde periferik nöropati
INORGANİK CİVA	Amalgam dolgularda, fungusit ve pestisitlerde, cam ve ayna yapımında	Periferik nöropati, konsantrasyon bozuklukları, duygudurum bozuklukları vs
PLATİN	Elektronik sanayi, kimyasal katalizleme reaksiyonları,	Duygudurum bozuklukları, ataksi, letarji, periferik

MADDE	ENDÜSTRİYEL UYGULAMALAR	ETKİLER
ÇİNKO	Alaşımlarda, batarya ve akülerde, ev aletlerinde, tedavide	Apati, tremor, ataksi
BENZEN	Petrokimyasallarda ve yakıtlarda, türevleri olarak birçok endüstriyel kimyasal içerisinde	Mental değişiklikler, SSS depresyon, ataklar, somnolans
KARBON DİSÜLFİD	Tekstil ürünlerinde	Vertigo, tremor, ataksi, mental değişiklikler, periferik nöropati, serebral atrofi
METİL KLORİD	Plastik ve kauçuk üretimi, kimyasal sentezi	Ataksi, tremor, konfüzyon, kişilik değişiklikleri
PERKLOROETİLEN	Kuru temizleme işinde, elektriksel iletkenlerde	Başağrısı, somnolans , koordinasyon bozukluğu
TRIKLOROETILEN	Endüstriyel temizleyicilerin ana maddesi	SSS depresyonu, konfüzyon, koordinasyon bozukluğu
TOLUEN	Boyalarda, mürekkeplerde,	Ataksi, denge bozukluğu,

MADDE	ENDÜSTRİYEL UYGULAMALAR	ETKİLER
FORMALDEHID	Plastikler, tekstil ürünleri, kimya endüstrisi	Eksitasyon, insomnia, anoreksia, parestezi
METILEN KLORID	Boya çıkarıcı, endüstriyel temizleyici	Stupor, letarji, koma
STIREN	Plastik, polimer ve reçineler	Stupor, kuvvetsizlik, tremor, depresyon
KSILEN	Petrokimyasallar	Konfüzyon, tremor, vertigo
1,1,1-TRIKLOROETAN	Metal ve plastik temizleme	Konfüzyon, tremor, vertigo, mental değişiklikler

BİYOLOJİK RİSKLER

Sağlık Sektörü'ndeki Hizmet Laboratuvarlarında Karşılaşılan Biyolojik Riskler

- B. Anthracis (Antrax)
- Botulizm
- SARS (Severe Acute Respiratory Syndrome)
- Tularemi
- Lejyoner Hastalığı
- Pandemik İnfluenza
- HBV, HCV, HIV

Veterinerlik Laboratuvar Hizmetlerinde Karşılaşılan Biyolojik Riskler

Disease	Disease agent	Animals				
		Cats	Dogs	Birds	Farm Animals	Wild Animals
Brucellosis	Brucella canis		X			
Campylobacteriosis	Campylobacter jejuni	X	X		X	
Cat Scratch Fever	Bartonella henselae	X				
Cryptococcosis	Cryptococcus neoformans and other species			X		
Hemorrhagic fever with renal syndrome (HFRS) and hantavirus pulmonary syndrome (HPS)	Hantavirus					X
Lymphocytic choriomeningitis	Lymphocytic choriomeningitis virus (LCMV)			X		
Pasteurella pneumonia	Pasteurella haemolytica				X	
Histoplasmosis	Histoplasma capsulatum			X		
Orf	Poxvirus				X	
Plague	Yersinia pestis					X
Q-fever	Coxiella burnetii				X	
Rabies	Rabies virus	X	X			
Salmonellosis	Salmonella enterica serovar Typhi				X	
Toxoplasmosis	Toxoplasma gondii	X				
Tularemia	Tularemia francisella					X

FİZİKSEL RİSKLER

ERGONOMİK RİSK FAKTÖRLERİ

- Sürekli ayakta ya da sürekli oturarak çalışma
- Pipetleme, mikroskop başında çalışma gibi bozuk postürde uzun süre kalma
- Vorteksleme vb işlemlerde el bileğinin uzun süreli tekrarlayıcı mikrotravmalara maruz kalması

IYONIZE ve NON-IYONIZE RADYASYON

* İleri derecede düşük frekanslı radyasyon
* Radyofrekans ve mikrodalga radyasyon
* Görünür ışık radyasyonu
* UV radyasyon

GÜRÜLTÜ

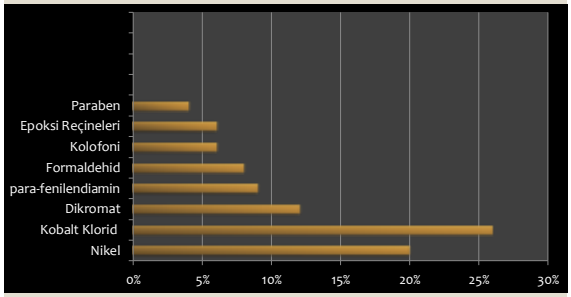
(AB standartlarına göre 8 saatlik bir çalışmada 85 dBA'yı geçmemelidir)

- Ör: Soğutmalı bir ultrasantrifüjün çalışırken gürültüsünün 65 dBA'ya ulaşabileceği unutulmamalıdır.

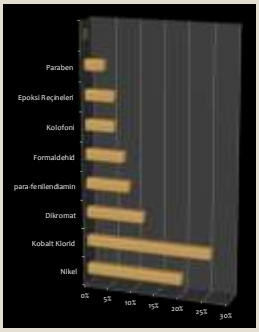
KLİNİK ÖRNEKLERLE MARUZİYET-HASTALIK İLİŞKİSİ

Cilt Toksisitesi

Almanya'da 10.000 İşçi Başına Yıllık Mesleki Dermatoz Sayısı



Kuaförlerde Kontakt Dermatit Etkenlerinin Yüzdesi



Metal Kaplamacılarda Kontakt Dermatit Etkenlerinin Yüzdesi



İritan Kontakt Dermatit Düşündüren Klinik Bulgular



Ülserasyonlar

- Kuvvetli asitler, özellikle kromik, hidroflorik, nitrik, hidroklorik, sülfirik; Kuvvetli bazlar, özellikle kalsiyum oksid, sodyum hidroksit, potasyum hidroksit, amonyum hidroksit, potasyum siyanid, trisodyum sülfat; Tuzlar, özellikle arsenik trioksid ve dikromatlar; solventler, özellikle akrilonitril, karbon disülfid; Gazlar, özellikle etilen oksit, akrilonitril



Follikülit ve Akneiform

- Arsenik trioksit, cam fiberleri, metalik yağlar ve gres yağı, katran, asfalt, klorlu naftalenler, polihalojenli bifeniller



Miliaria

- Aluminyum klorid, yapıştırıcı bantlar, ultraviyole, kızıl ötesi ışınlar, sıkı giyim



Pigmentasyon Değişiklikleri

- Hiperpigmentasyon; katran, asfalt, inorganik arsenik, gümüş, altın, bizmut, civa, iyonize radyasyon, ultraviyole, kızıl ötesi ışınlar, mikrodalga ışınları / Hipopigmentasyon; amil fenol, butil fenol, hidrokinon, monobenzil etil hidrokinon, katekol, krezol, izopropil alkol



Ürtiker

- Sayısız kimyasal, kozmetikler, gıdalar, bitkiler, tekstil tozu, odun



Granüloma

- Silika, berilyum, keratin, pamuk tozları, bakteri, fungus, parazit

Kardiyovasküler Toksisite

Proaritmik Ajanlar

Solventler (Toluen, ksilen, stiren, propilen glikol)

Ketonlar (Aseton, metil etil keton)

Proaritmik, Negatif Inotrop, Azalmış Kardiak Output

Halojenli Hidrokarbonlar (Karbon tetraklorid, kloroform, kloropentafloroetan, 1,2-dibromo-tetrafloro metan, dikloroetilen, etil klorid, etil bromid, metil bromid, metilen klorid, trikloroetan, trikloroetilen, triklorofloro metan

Negatif Inotrop, Kardiak Hipertrofi, Proaritmik

Kadmiyum, arsenik, kobalt, inorganik kurşun, baryum, lantan, mangan, nikel

Görme Toksikolojisi



Kornea
- Dışardan oluşan etkilere son derece hassastır
- Asit ve alkaliler, organik solventler (aseton, hekzan, toluen), deterjanlar,

Lens
- Lens saydamlığını bozarak katarakt oluşumunu hızlandırılar.
- 2,4-dinitrofenol, talyum, dimetilsülfoksit, para-klorofenilalanin

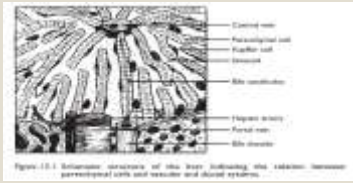
Retina
- Bazı polisiklik bileşiklerin retinopatiyi tetiklediği belirlenmiştir.
- 4,4-metilendianilin, klorakin, hidroksiklorakin

Görme Toksikolojisi



Optik Sinir
- Bazı kimyasalların optik sinire ya da görme ile ilgili ganglion hücrelerine toksik etki göstererek görmeyi bozduğu belirlenmiştir.
- Bunlardan en bilineni metanoldür. diğerleri,; karbon disülfid, talyum ve disülfiramdır.
- Diğer taraftan karbon monoksit ve arseniğin; periferik görme ile ilgili yapılara hasar vererek görmeyi bozduğu da belirlenmiştir.
- Metil civa, optik sinir yerine görme korteksine hasar vererek santral görme bozukluğu oluşturur.
- Bazı solventler periferik nöropatik etkilerini görme fonksiyonu üzerinde de göstererek görmeyi bozarlar. Bunlar; Krezol fosfat, akrilamid, hekzan ve metilbutil ketondur.

Karaciğer Toksisitesi



- Esas olarak Sitokrom P450 enzimleri olmak üzere; vücuda giren ksenobiyotiklerin en fazla metabolize edildiği organ olması nedeniyle karaciğer toksik etkilere çok açıktır. Oluşan lezyonların daha çok sentrlobüler olması da, bu bölgede sitokrom P450 enzimlerinin daha fazla olmasına bağlanmaktadır.
- Lipid peroksidasyon artışı, kovalent bağlanma, protein sentezinin inhibisyonu, safra üretiminin ya da akışının bozulması, immünolojik reaksiyonlar ve kalsiyum dengesinin olumsuz etkilenmesi hepatotoksisitede rol oynayan faktörlerdir.

Karaciğer Hasarının Moleküler Tipleri

Organel	Etki	Toksik Maddeler
Plazma Membranı	Enzim Fonksiyonlarının Bozulması	Asetominofen, Karbon tetraklorid, Phalloidin
Nükleus	Neoplazi	Aflatoksin, Berilyum, Siskasin, dimetilnitrozamin, tannik asit
Mitokondri	Mitokondride Şişme	Karbontetraklorid, Dimetilnitrozamin, Dikuat, Fosfor
Lizozomlar	Birikim	Berilyum, Karbon tetraklorid, Fosfor
Peroksizomlar	Proliferasyon	Klofibrat, Trikloroetilen, Yüksek yağlı diyet

- Karaciğere Toksik etki Gösteren Maddeler

*** Nekroz ve Yağlı Karaciğer
Aflatoksin, Alil alkol, Berilyum, Bromobenzen, Karbon disülfid, Karbon tetraklorid, Kloroform, Diklorobenzen, Etanol, Fosfor, Tannik asit, Tetrakloroetan, Trikloroetilen

*** Kolestaz
Amitriptilin, Karbamazepin, Klorpromazin, Perfenazin, Promazin, Androjenik ve anabolik steroidler, Sülfanilamid, Tiyobendazol, Kolşisin, Halotan, İmipiramin, Metil dopa, Metoksifluran, Fenitoin, Papaverin

Böbrek Toksisitesi

- Böbreğe Toksik Maddeler ve Etki Bölgeleri

Toksik Madde	Etki bölgesi
Ağır Metaller	
Kadmiyum	Proksimal Tübül
Krom	Proksimal Tübül
Altın	Glomerulus
Kurşun	Proksimal Tübül ve Kan Damarları
İnorganik Civa	Proksimal Tübül ve Glomerulus
Halojenli Hidrokarbonlar	
Bromobenzen, Klorotrifloroetilen	Proksimal Tübülüs
Karbon tetraklorid, Trikloroetilen	Proksimal Tübülüs
Kloroform, 2-bromoetilamin	Proksimal Tübülüs
Hekzaklorobutadien	Pars Recta
Hidroksikinon	Proksimal Tübülüs

Üreme Toksikolojisi



- Üreme toksisitesi; bir kimyasal maddenin, yetişkin erkek ve kadınlarda cinsel fonksiyon ve üreme işlevleri üzerindeki olumsuz etkileri indüklemesini ifade eder.

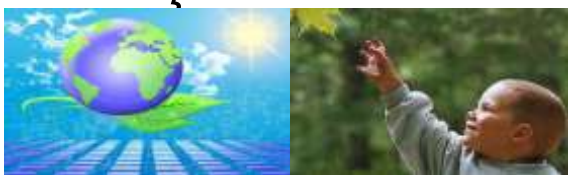








TEŞEKKÜRLER



MERLAB LABORATUVAR GÜVENLİĞİ UYGULAMALARI

Dr. M. Elif ÜNSAL

ODTÜ
MERKEZ LABORATUVARI

MERLAB LABORATUVAR GÜVENLİĞİ UYGULAMALARI

Dr. M. Elif ÜNSAL

İÇERİK

- **Laboratuvar Güvenliği Genel Uygulamaları**
  - **İş ve İşçi Sağlığı Güvenliği (İSG) ile Laboratuvar Güvenliği Dosyaları**
  - **Risk Analizi**
  - **Yangın**
  - **Eğitimler**
- **Laboratuvarda Kişisel Korunma**
  - **Laboratuvar Güvenliği Denetleme Formları**
  - **Kişisel Korunma Ekipmanları**
  - **Eğitimler**
- **Atık Yönetimi**
  - **Mevcut Atıkların Sınıflandırılması, Toplanması ve Bertarafı**
  - **Atık ve Kimyasal Depolarının Düzenlenmesi**
  - **Laboratuvar Atık Sisteminin Oluşturulması**
  - **Eğitimler**

1.ULAG SEMPOZYUMU VE SERGİSİ 16-18 MAYIS 2013

Laboratuvar Güvenliği Genel Uygulamaları

Laboratuvarımızda yapılan güvenlik çalışmalarının amacı 20/6/2012 tarihli ve 6331 sayılı İş Sağlığı ve Güvenliği Kanununun yükümlülüklerini yerine getirmek ve tüm çalışanlarımız için güvenli bir ortam yaratmaktır.

- DETAM ⇨ Danışmanlık ve Eğitim



1.ULAG SEMPOZYUMU VE SERGİSİ 16-18 MAYIS 2013

Laboratuvar Güvenliği Genel Uygulamaları

- T.C. Çalışma ve Sosyal Güvenlik Bakanlığı yönetmelikleri doğrultusunda İş Sağlığı ve Güvenliği (**İSG**) dosyası hazırlandı.

Ön Durum Tespit Raporu, Çalışma Planı, Organizasyon Şeması, Risk Analizi, Acil Durum Kayıtlar, Eğitim Kayıtları, Sağlık Kayıtları, Kişisel Koruyucu Donanım Kayıtları, Talimatlar, Kontrol Formları, Hasarsız Olay Kayıtları, Yıllık Değerlendirme Raporları

- MERLAB'ta bulunan 19 laboratuvar için Laboratuvar Güvenlik Dosyaları hazırlandı.

Acil Durum Telefonları, MSDS, EPA Kimyasal Uyumluluk Tablosu, Atık Toplama Talimatı, Güvenlik Değerlendirme Formları

1.ULAG SEMPOZYUMU VE SERGİSİ 16-18 MAYIS 2013

Laboratuvarlarda Tehlike ve Risk Değerlendirmesi

ODTÜ MERKEZ LABORATUVARI

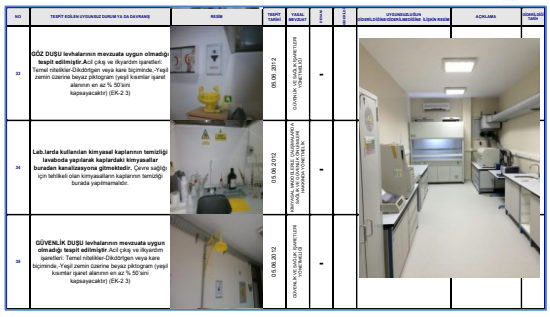
Tehlike ve Risk Değerlendirme Hazırlama Formu
- SÜREÇ BİLGİ FORMU -

Laboratuvar Adı	Laboratuvar Sorumlusu	İletişim Bilgileri
Polimer Analiz Laboratuvarı (PAL)	Leyla Molu	Tel : 210 64 24 e-mail : karabey@metu.edu.tr

Yapılan İş	Kullanılan Makine- Araç-Gereç	Kullanılan Kişisel Koruyucu Ekipman	Kullanılan Kimyasal	Tehlikeler	Mevcut/Alınacak Önlemler
Malzemeleri % olarak karbon, hidrojen, azot ve kükürt miktarını bulmak	Elemental Analiz	Eldiven,önlük,maske, gözlük	Çeşitli standartlar	Cilde temes veya solunum tehlikesi	**Eldiven,önlük,maske,gözlük, havalandırma**
Büyük moleküllerin özelliklede polimerlerin molekül ağırlığı dağılımını hesaplamak	Büyüklükçe Ayırma Kromatografisi	Eldiven,önlük,maske, gözlük	Tetrahidro furan	MSDS tehlikeleri	**Eldiven,önlük,maske,gözlük, havalandırma**
Moleküllerin parçacık büyüklüklerini ve molekül ağırlıklarını bulmak	Dinamik Işık Saçılımı	Eldiven,önlük,maske, gözlük	Toluen	MSDS tehlikeleri Lazerin gözle temasında oluşabilecek tehlike	**Eldiven,önlük,maske,gözlük, havalandırma**

1.ULAG SEMPOZYUMU VE SERGİSİ 16-18 MAYIS 2013

Risk Analizi



1.ULAG SEMPOZYUMU VE SERGİSİ 16-18 MAYIS 2013

Kimyasal Malzeme Deposu



Laboratuvar Güvenliği Eğitimleri

- İş Sağlığı ve Güvenliği Temel Bilgilendirme
- Kişisel Koruyucu Malzeme Seçimi
- Güvenlik ve Sağlık İşaretleri
- Ergonomi
- Çalışanların Yasal Hak ve Sorumlulukları
- Kimyasal Maddelerle Çalışmalarda Alınması Gereken Güvenlik Önlemleri
- İş Yerinde Tehlike ve Riskler
- Elektrik İşlerinde İş Sağlığı ve Güvenlik Önlemleri
- İş Yerinde Temizlik ve Düzen



Yangın Risk Analizi

- Yangın risk analizi, MERLAB bünyesinde olası çıkabilecek yangın tehlikelerine karşı önceden hazırlıklı olmak, yangın esnasında can ve mal kaybını asgariye indirmek amacıyla yaptırılmış.

- Acil Durum İlk Yardım Planları
  - ✓ Zehirlenme
  - ✓ Deprem
  - ✓ Yanık
  - ✓ Travma
  - ✓ Elektrik Çarpması
  - ✓ Elektrik Yanıkları
  - ✓ Makina ve Ekipman Hasarları



Uygulamalar ve Eğitim

- Acil Durum Ekipleri
- Yangın Tüpleri ve Dolapları
- Elektrik Panoları
- Ecza Dolapları
- Acil Durum Yönlendirme Armatürleri
- Acil Çıkış Kapıları
- Topraklama Ölçümü
- Paratoner
- Uygulamalı Yangın Güvenliği Eğitimi



MERLAB Eğitim Seminerleri Serisi

- Kimyasalların stoklanması, kullanma grupları ve tehlikeleri, tehlike işaretlerinin düzenlenmesi
- Toksikoloji
- Tehlikeli Atıklar
- Laboratuvarda Ergonomy
- Fiziksel Tehlikeler
- Radyoaktif Tehlikeler
- Biyolojik Tehlikeler
- Nanomalzeme Güvenliği
- Sıkıştırılmış Gazlar
- Sıvı Azot
- Laboratuvarların havalandırılması, Çeker ocaklar
- Cihazların Güvenliği
- Çalışanların Korunması
- İlk Yardım
- Yangın Güvenliği
- Acil Durum Talimatları



Laboratuvarda Güvenli Çalışma Kılavuzu Acil Durum Talimatları

İlkyardım Eğitimi







Kızılay ODTÜ Şubesi

Laboratuvarda Kişisel Korunma

Laboratuvar Güvenliği Denetleme Formu

- Tehlike İletişimi
- Laboratuvar Yönetimi ve Kullanımı
- Kişisel Koruyucu Teçhizat
- Güvenlik Teçhizatı
- Acil Durum Çıkışları
- Kimyasal Maddelerin Depolanması
- Yanıcı Sıvıların Depolanması ve Kullanımı
- Gaz Tüpleri
- Atık Malzemeler



Kişisel Korunma Ekipmanları

Solunum Koruma

- Toz maskesi



- Uygun filtreli yarım yüz maskesi



- Uygun filtreli tam yüz maskesi



Kişisel Korunma Ekipmanları

Göz/Yüz Koruma



- Göz veya yüz siperleri,
- Koruyucu gözlükler,
- X-ışını, lazer ışını, ultraviyole, infrared ve görünür radyasyon gözlükleri
- Kombine boy ve göz duşu, duvara veya masaya monte göz duşu, seyyar göz duşu ve panolu göz d



Kişisel Korunma Ekipmanları

Cilt/Vücut Koruma



- Eldivenler

  Latex, Nitril, Vinil, Isıya dayanıklı ve İş Eldivenleri
- Önlükler, Tulumlar, İş Elbiseleri
- Bone, Baret, Galoş ve İş Ayakkabıları
- Kulak Koruyucular



Kişisel Korunma Ekipmanları

Emici Malzemeler

- Emici bez
- Emici sosis
- Emici yastık
- Emici ped





Kişisel Korunma Ekipmanları Eğitimi



Kişisel Korunma Ekipmanları

- ➢Kullanımı
- ➢Bakımı
- ➢Saklama koşulları
- ➢Raf ömürleri

➡ C sınıfı İş Güvenliği Uzmanlığı Standart Eğitim Programı

Atık Yönetimi

- **Atık Yönetimi**: Atığın kaynağında azaltılması, özelliğine göre ayrılması, toplanması, geçici depolanması, ara depolanması, geri kazanılması, taşınması, bertarafı ve bertaraf işlemleri sonrası kontrolü
- **Tehlikeli Atık Yönetim Planı**: Atıkların çevreyle uyumlu bir şekilde yönetimini sağlamak üzere hazırlanan kısa ve uzun vadeli program ve politikalar
- **Acil Durum Planı**: Tesiste ve taşıma işlemleri esnasında olabilecek kazayı sonuçlarıyla birlikte değerlendirerek kaza oluşumunda tesiste ve civarında yapılacak işlemleri ayrıntılı olarak belirleyen plan

Atıkların Toplanması

Laboratuvarımızda bulunan tehlikeli atıklar, bertaraf ve geri dönüşüm yöntemlerine ayrıca da sahip oldukları tehlike özelliklerine göre 10 farklı sınıfta gruplandırılmıştır:

- Organik atıklar
- İnorganik atıklar
- Asidik atıklar
- Bazik atıklar
- Halojenli çözücüler
- Halojensiz çözücüler
- Ağır metal içeren atıklar
- Civa içeren atıklar
- Organik peroksitler
- Güçlü oksitleyiciler



Tehlikeli Atık Kodları

16 05 06 Civalı Atıklar
Ağır Metal içeren atıklar
Organik Atıklar
İnorganik Atıklar

Toksik Atıklar

Yanıcı Atıklar

16 05 06 Halojenli Çözücüler
Halojensiz Çözücüler

16 05 06 Asidik Atıklar
Bazik Atıklar

Korozif Atıklar

Oksitleyici Atıklar

16 05 06 Organik Peroksitler
Güçlü Oksitleyiciler



Tehlikeli Atık Kodları

15 01 10 Kontamine Ambalaj
15 02 02 Kontamine Atık

Kontamine olduğu tehlike

20 01 21 Atık Floresan
08 03 17 Kartuş - Toner



Merkez Laboratuvar Atıklarında Mevcut Durum



Merkez Laboratuvar Atıklarında Mevcut Durum



Geçici Atık Depolama Ünitesi



Eğitim ve Sempozyum

15 Haziran 2012 ODTÜ Atık Yönetimi Sempozyumu

- ✓ ODTÜ MERLAB
- ✓ T.C. Çevre ve Şehircilik Bakanlığı
- ✓ İzaydaş
- ✓ Nesçev





NESÇEV ⇨ Danışmanlık ve Eğitim

Teşekkürler

www.labguv@metu.edu.tr



TIBBİ LABORATUVARLARDA BİYOGÜVENLİK UYGULAMALARI

Dr. Bekir ÇELEBİ

TIBBİ LABORATUVARLARDA BİYOGÜVENLİK UYGULAMALARI

Dr. Bekir Çelebi

Türkiye Halk Sağlığı Kurumu
Mikrobiyoloji Referans Laboratuvarları Daire Başkanlığı

AMAÇ

- Laboratuvar güvenliğinin temel amacı, mikroorganizmaların veya bunların toksinlerinin laboratuvar personelini enfekte etmesine ve çevreye yayılmasına engel olmaktır

Biyogüvenlik

- Biosafety
- Biosecurity



TANIMLAR

- **Biyogüvenlik**; Teknoloji ve iyi laboratuar uygulamaları prensipleri yardımı ile laboratuar çalışanlarının ve çevrenin patojenlerle ve toksinlerle kazara maruz kalınmasının önlenmesi
- **Biyoemniyet;** Kurumsal ve personel güvenlik önlemleri ile patojen ve toksinlerin kasıtlı olarak salınmasının, çalınmasının, kaybedilmesinin ve kötüye kullanılmasının önlenmesi

Laboratuvarda güvenlik sorunu nelere bağlıdır?

- Çalışılan materyalin niteliğine
- Maruz kalma yoluna
- Laboratuvarcının deneyimine
- Laboratuvarda meydana gelen kazaların oluş sıklığına

Çalışılan materyalin niteliği

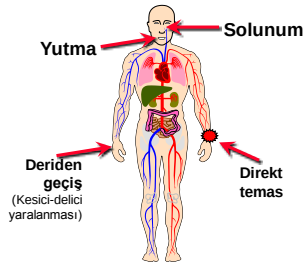
- **Enfeksiyöz olabilir**
- **Toksik olabilir**



Çalışılan materyalin niteliği

- **Kan, balgam, idrar v.b. inceleme örnekleri**
- **Patojen mikroorganizma kültürleri**

Maruz kalma yolu



En sık Laboratuvar Kazaları?

- Dökülme saçılmalar
- Kesici-delici yaralanmaları
- Ağızla pipetaj sırasında yutma
- Patlamalar, yangınlar
- Toksik kimyasal buharları
- Hayvan ısırması-tırmalaması

Genel kurallar !...

- **Yaka kartı**nızı takın. Güvenlik personelinin çalışmasının kolaylaşması buna bağlı.
- Bütün kazaları ve yaralanmaları **rapor edin**; olayların oluş şekli ve sıklığı hakkında böylece toplanan bilgi, önlem almamızı kolaylaştırır.
- **Anahtarlar**ınızı (asla) ödünç vermeyin.



Genel kurallar !...

- Laboratuvarda yemek, çay-kahve ve sigara içmeye izin vermeyin.
- Laboratuvarda taşkın hareketlere izin vermeyin
- Laboratuvara 12 yaşın altındaki çocukları sokmayın
- İzin verilmeyen alanlara girmeyin ve laboratuvar koridorlarını kestirme yol olarak kullanmayın.



Genel kurallar !...



- Çalışma alanınızı temiz ve düzenli tutun.

Dağınıklık *hem* hatalı sonuçlara yol açar *hem de* kazalara davetiye çıkarır!...

Biyogüvenlik uygulamaları

- Her türlü **güvenlik uyarı ve işaretleri**ni öğren!
- Uygun **KKE** kullanımına karar ver!
- Uygun güvenlik **ekipmanını** seç!
- **El yıkama** prosedürünü bil!
- **Kesici-delici** yaralanmasından kaçın!
- **Enfeksiyöz materyallerin taşınmasına** dikkat edilmelidir
- **Acil dökülme-saçılma** olduğunda ne yapacağını bil!
- **Atık yönetim planı**nın gereklerini uygula!

Güvenlik uyarı işaretleri







- Laboratuvar kapısında bu işaret asılı ise:

"Görevli olmayan laboratuvara giremez!"

KKE (Kişisel Koruyucu ekipmanlar)

- Laboratuvar önlüğü
- Eldiven
- Maske
- Gözlük









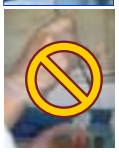


Önlük kullanılması



- Önlükler ve diğer lab giysileri uzun kollu ve önü **tamamen düğmelenmiş** olmalıdır.
- **Kollarının ucu lastikli**-manşetli olmalı eldiven bunun üzerine takılabilmelidir.





Önlük kullanılması

- Önlükler ve diğer lab giysileri **laboratuvar dışında giyilmemelidir!**
  - Kantin, kütüphane, bahçe
  - Büro, kütüphane,
  - Personel odası, tuvaletler
  - Toplantı salonu
- Önlükler **yıkanmak üzere eve götürülmemelidir**.



Eldiven kullanılması

- Hastaların kanı, vücut sıvıları, salgıları ve çıkartılarını içeren malzeme ile temas ederken,
- Hastadan **kan** alırken,
- Mikroorganizma **kültürleri** ile temas ederken,
- **Biyolojik atıkları** taşırken,

eldiven giyin!







Eldiven kullanılması

- İşlemler arasında ve yüksek konsantrasyonda mikroorganizma olasılığı olan malzeme ile temas ettikten sonra eldivenleri **değiştirin**





- İşiniz bittikten sonra, kontamine olmayan nesnelere ve çevredeki yüzeylere dokunmadan **önce** eldivenleri çıkarın ve ellerinizi yıkayın



Maske ve gözlük kullanılması

- Aerosol ile bulaş riski bulunan etkenlerle çalışılırken maske takılmalıdır
- Potansiyel enfeksiyöz materyalin sıçramasına yol açacak işlemler sırasında yüz, gözler ve ağız korunmalıdır.





GÜVENLİK EKİPMANLARI

- **Pipetaj yaparken mutlaka** bir pipetaj cihazı kullanılmalıdır. Ağızla pipet uygulaması **kesinlikle yasaktır**!



GÜVENLİK EKİPMANLARI

- **Solunum yolu ile (**aerosol inhalasyonu**) maruziyetin önlenmesi**









Ellerin yıkanması

Ne zaman?

- **Eldiven giymiş olsanız bile;**



hastaların kan ve vücut sıvıları, çeşitli salgıları, çıkartıları ile temas sonrasında

mikroorganizma kültürleri ile her türlü temas sonrasında



deney hayvanlarını *elledikten sonra*

Ellerin yıkanması

Nasıl?



- Eldivenleri çıkardıktan hemen sonra ellerinizi yıkayın!
- **Normal sabun**la yıkamak YETERLİDİR!

Kesici-delici yaralanmalarına karşı korunma



- Sağlık sektöründe **en yaygın güvenlik riski kesici-delici yaralanması**dır!
- Kesici-delici yaralanması neden önemlidir?
  - Çünkü; ölümcül olabilen **HIV, hepatit B ve C** enfeksiyonlarına yakalanma olasılığı artar!

Kesici-delici yaralanmalarına karşı korunma



- ASLA, kullanılmış iğnenin **kapağını tekrar kapatmayın**
- Kullanılmış iğneleri ASLA elinizle bükmeyin ya da kırmayın!
- Kullanılmış enjektör ve iğneleri, bistüri bıçakları ve diğer keskin materyali **KESİCİ-DELİCİ ATIK KABI**'na atın!

Enfeksiyöz materyalin taşınması

- Taşıma veya saklama amacıyla **enfeksiyöz materyal** konulan her türlü kabın dış yüzeyinde **BİYOTEHLİKE!** sembolü bulunması veya yapıştırılması zorunludur!

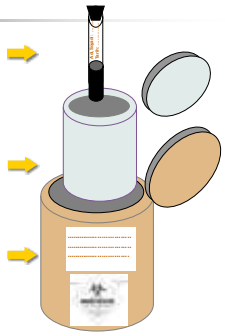


Enfeksiyöz materyalin (şehirlerarası) taşınması

Birincil kap:
Klinik örneği içerir
Su geçirmez, Sızdırmaz, Etiketli
Emici malzemeye sarılı

İkincil kap:
Su geçirmez, Sızdırmaz
Birden çok birincil kap içerebilir

Üçüncül (dış) kap:
İkincil katmanı korur
Dokümantasyonu içerir
Uyarı işaretleri içerir



Acil **Biyolojik** Dökülme Kiti

Eğer biyolojik materyalin dökülmesi riski varsa biriminizde bir **acil biyolojik dökülme kiti** bulunmalıdır.



Enfeksiyöz materyal ORTAMA döküldüğünde



Her türlü acil dökülmeyi Amirine haber ver!



Enfeksiyöz materyal ORTAMA döküldüğünde

1. Kontamine alanı tespit edin. Çevreleyin.
2. Beraber çalıştığınız kişileri uyarın.
3. **Biyolojik Acil Dökülme Kitini** olay yerine getirin!
4. Uygun KKE giyin (önlük, eldiven, gerekiyorsa maske v.b.)
5. Maşa ile kırıkları toplayın.
6. Saçılmış enfeksiyöz materyalin üzerine absorban malzemeyi (örneğin kağıt havlu) örtün ve üzerine dezenfektan dökün.
7. 20 dakika bekleyin.
8. Absorbanı alın ve alanı aynı dezenfektan ile temizleyin.

Enfeksiyöz materyal ÜZERİNİZE döküldüğünde

- **En yakın duşun-suyun altına gidin**
- **Vücudun temas eden bölgesini SABUNLAyın, suyu bolca akıtarak yıkayın**
- **Kontamine giysileri çıkarın**

Kazayı bildirin





Atık ayrıştırma ve uzaklaştırma akış diyagramı





- TEŞEKKÜRLER

Intertek

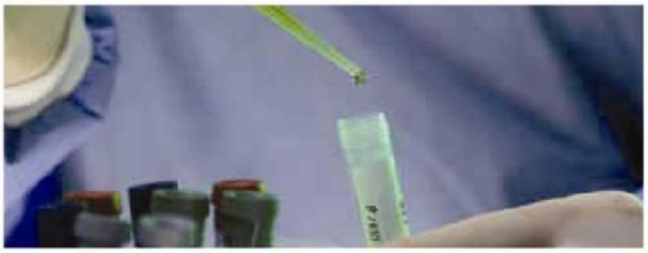
Valued Quality. Delivered.

Güvenle kullanmanız için herşeyi kontrol ediyoruz.











Intertek Test Hizmetleri A.Ş.

Merkez Mahallesi Sanayi Caddesi No.23 Altındağ Plaza, Yenibosna, 34197 İstanbul - Türkiye

Tel.: +90 212 496 46 46 • Faks: +90 212 452 80 55 • E-mail: intertek.turkey@intertek.com

www.intertek.com • www.intertek-turkey.com

BİLİM® Laboratuvarları

www.bilim.gen.tr

Sağlık Bakanlığı

T.C. Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı
İzin No: TAL-08
İzin Tarihi: 23.04.2008

TÜRKAK
Test
TS EN ISO/IEC 17025
AB-0453-T

"Tek Merkezde Tüm Analizler"

Su - Çevre Analizleri(http://su.bilim.gen.tr)

Havuz suyu analizlerinde Sağlık Bakanlığından yetkili ve TÜRKAK tarafından akredite laboratuvar.

Legionella Kontrol Laboratuvarı

Legionella analizleri ve numune alma Akreditasyon kapsamındadır.

Kozmetik-Endüstriyel Ürün Analizleri(http://kozmetik.bilim.gen.tr)

MSDS Hazırlama, Koruyucu etkinlik testleri, Stabilite, Dermal irritasyon, Ağır Metal Analizi

Veteriner Kontrol Laboratuvarı(www.vetlab.gen.tr)

Gıda Kontrol Laboratuvarı(www.gidalab.com)

Tıbbi Tahlil Laboratuvarı(www.bilim.gen.tr)

Analizmarketi.com
Türkiye'nin İlk Online Laboratuvar Hizmeti



Şehremini Mah. Kızılelma Cad. No:6 K:2-6 Fındıkzade - İSTANBUL
Tel:0212 588 4248 Faks :0212 530 10 60
bilimlab@bilim.gen.tr

TÜRKAK
Kalibrasyon
TS EN ISO/IEC 17025
AB-0083-K

Ölçülebilir başarı için **maksimum hassasiyet**

THE LINDE GROUP

Linde

Linde, standartlarını belgeledi: TSEN ISO/IEC 17025



Linde Gaz A.Ş'nin Gebze - Kocaeli'nde kurulu Özel Gazlar Analitik Hizmetler Laboratuvarı TSEN ISO/IEC 17025 standartları uyarınca Kalibrasyon Laboratuvarı akreditasyonu almaya hak kazanmıştır.

Bu çerçevede belirli bir kapsam içerisinde Linde, Gebze tesislerinde müşterileri için TSEN ISO/IEC 17025 belgeli gaz karışımları doldurmaya başlamıştır.

Linde Gaz A.Ş.
Gebze Organize Sanayi Bölgesi 300. Sk. 41480 Gebze / Kocaeli
Telefon : (0262) 678 74 00 Faks : (0262) 678 75 00
pazarlama@lindegaz.com.tr www.lindegaz.com.tr