



**ATIK SUDA METAL TAYİNİ  
YETERLİLİK TESTİ ÇALIŞMASI PROTOKOLÜ**

**TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA GRUBU LABORATUVARLARI**

Protokol No: KAR-G3KI-130.2011.02

Organizatör: Dr. Fatma AKÇADAĞ

Eylül 2011  
Gebze-Kocaeli

## İÇİNDEKİLER

1. ÇALIŞMANIN AMACI .....	1
2. ORGANİZATÖR .....	1
3. ÇALIŞMAYA KATILIM .....	1
4. TEST ÖRNEĞİ .....	1
5. ÇALIŞMA PROGRAMI .....	2
6. TAYİN EDİLECEK PARAMETRE .....	2
7. KULLANILACAK METOTLAR .....	2
8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI .....	2
9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ .....	3
10. GİZLİLİK .....	3
10. KAYNAKLAR .....	3

## 1. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada atık suda metal (As, Cd, Cr, Cu, Fe, Ni, Pb, ve Zn) tayini yapan laboratuvarların performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır.

## 2. ORGANİZATÖR

Bu yeterlilik testi çalışması “ISO/IEC 17043 Conformity Assessment - General Requirements for Proficiency Testing” ve “ILAC-G13 Guidelines for the Requirements for the Competence of the Providers of Proficiency Testing Schemes” kılavuzlarına uygun olarak TÜBİTAK UME Kimya Grubu Laboratuvarları tarafından organize edilmektedir.

### Yazışma adresi:

TÜBİTAK UME  
Kimya Grubu Laboratuvarları  
P.K. 54 41470 GEBZE-KOCAELİ  
Tel: 0 262 679 50 82 Faks: 0 262 679 50 01

**Organizatör:** Fatma AKÇADAĞ

e-mail: fatma.akcadag@ume.tubitak.gov.tr

**Teknik Komite:** Fatma AKÇADAĞ, Betül ARI, Nilgün TOKMAN, Emrah UYSAL ve Oktay CANKUR

## 3. ÇALIŞMAYA KATILIM

Çalışma tüm laboratuvarlara açık olup ücretli olarak düzenlenmektedir. Katılım ücreti çalışma duyurusu ile birlikte katılımcılara bildirilir.

## 4. TEST ÖRNEĞİ

Test örneği olarak, endüstriyel atık su kullanılır. Atık su önce süzülür daha sonra istenen derişimlerde sertifikalı referans maddeler eklenerek hazırlanır ve homojen hale gelmesi için 2-4 h karıştırılır. Hazırlanan test örneğine 10-200 µg/L As, 50-500 µg/L Cd, 100-1000 µg/L Cr, 100-1000 µg/L Cu, 100-1000 µg/L Fe, 100-1000 µg/L Ni, 100-1000 µg/L Pb, 100-1000 µg/L Zn, eklenmiştir. Tüm örnekler katılımcı laboratuvarlara kargo ile aynı zamanda gönderilir.

Katılımcı laboratuvarlar gönderilen test örneğini aldıklarında ambalajının sağlam olup olmadığını kontrol eder ve <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> web sayfasındaki “Örnek Alındı Formunda” gerekli bilgileri girerek formu belirtilen adrese e-posta ile gönderirler.

## 5. ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışma yılda iki kez düzenlenir. Belirlenen derişimlerde sertifikalı referans maddeler eklenerek hazırlanan atık su numunesine kararlı hale gelmesi için nitrik asit ilave edilir ve 2-4 saat karıştırılarak homojen hale gelmesi sağlanır. Yaklaşık 250 ml test örneđi daha önceden temizlenmiş polietilen şişelerde paketlenerek katılımcı laboratuvarlara gönderilir. Laboratuvarların test örneđini analiz ederek, sonuçları <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> web sayfasındaki “VERİ GİRİŞİ” bölümü doldurup **14/10/2011** tarihine kadar göndermeleri gerekir. Veri girişı için her bir laboratuvara ayrı bir kullanıcı ismi ve parola verilir. Kullanıcı ismi ve parola katılımcı laboratuvarlara e-posta ile gönderilir.

Katılımcı laboratuvarların sonuçları istatistiksel olarak değerlendirilerek z-skorumları hesaplanır. Deđerlendirme işleminde yeterlilik testi çalışması sonuç raporu hazırlanır. Raporun taslak hali web sayfasında yayınlanır. Katılımcı laboratuvarların iki hafta içerisinde raporla ilgili varsa düzeltme önerileri bildirmeleri istenir. Daha sonra raporda uygun bulunan düzeltmeler organizatör tarafından bir hafta içerisinde yapılır ve raporun son hali web sayfasında yayınlanır. Raporun son hali yayımlandıktan sonra katılımcı laboratuvarlar iyi olmayan sonuçlarını geri çekemezler. Katılımcı laboratuvarlara ayrıca Katılım Belgesi posta ile gönderilir.

## 6. TAYİN EDİLECEK PARAMETRE

Bu çalışmada, atık suda As, Cd, Cr, Cu, Fe, Ni, Pb ve Zn tayinleri yapılacaktır.

## 7. KULLANILACAK METOTLAR

Laboratuvarlara, rutin analizlerde uyguladıkları metodu kullanarak test örneđini analiz etmeleri, analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlemin uygulanmaması önerilmektedir. Test örneđi analiz edilmeden önce iyice çalkalanmalıdır.

## 8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI

Yeterlilik testi sonuçlarının bildirilmesi ve sonuç raporuna ulaşması <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> web sayfası aracılığı ile yapılır. Laboratuvarların ölçüm sonuçlarının ortalamasını, standart sapma deđerlerini ve analizlerde kullandıkları metodu <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> adresinde bulunan “VERİ GİRİŞİ” bölümünden göndermeleri istenir. Sonuçların **14/10/2011** tarihine kadar gönderilmesi gerekir. Zamanında gönderilmeyen sonuçlar deđerlendirmeye alınmaz.

## 9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

### z-skoru:

z-skorları (9.1) eşitliği kullanılarak hesaplanır.

$$z = \frac{x - X}{\hat{\sigma}} \quad (9.1)$$

Burada,

- X : referans değer  
x : katılımcı laboratuvar sonucu  
 $\hat{\sigma}$  : Yeterlilik testi değerlendirme için standart sapma

## 10. GİZLİLİK

Laboratuvarlara ait sonuçların gizliliği esastır. Hazırlanan web tabanlı sistemin güvenliği için gerekli önlemler tarafımızca alınmıştır. Katılımcı laboratuvarlara ait bilgiler hiçbir şekilde üçüncü şahıslarla paylaşılmaz. Katılımcı laboratuvarlar sistemde kendilerine verilen şifreyi değiştirebilirler.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilir. Sonuç raporunda her laboratuvar sadece kendisinin bildiği bu numara ile tanımlanır ve sonuçlar laboratuvar numaraları ile raporlanır.

## 10. KAYNAKLAR

1. ISO/IEC 17043 Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing, 2010
2. ILAC-G13 Guidelines for the Requirements for the Competence of the Providers of Proficiency Testing Schemes, 2007
3. ISO/IEC 17025 General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories, 2005
4. Thompson, M., Ellison, S.R. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, Pure&Appl. ,Chem., 2006, Vol. 78, No. 1, pp. 145-196
5. ISO 13528 Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, 2005