



**SUDA ASKIDA KATI MADDE TAYİNİ
YETERLİLİK TESTİ RAPORU**

**TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI**

Rapor No: KAR-G3RM-210.2014.02

Koordinatör: Dr. Fatma AKÇADAĞ

**23 Aralık 2014
Gebze/KOCAELİ**

Bu yeterlilik testi çalışması “ISO/IEC 17043: 2010 Conformity Assessment - General Requirements for Proficiency Testing” standardına uygun olarak TÜBİTAK UME Referans Malzemeler Laboratuvarı tarafından düzenlenmektedir.

Yazışma adresi

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME)
Referans Malzemeler Laboratuvarı
P.K. 54 41470 Gebze KOCAELİ
T (262) 679 50 00 F (262) 679 50 01
www.ume.tubitak.gov.tr

Koordinatör

Dr. Fatma AKÇADAĞ
e-posta: ume.yeterliliktesti@tubitak.gov.tr

Teknik Komite

Fatma AKÇADAĞ ve Nilgün TOKMAN

Referans Malzemeler Laboratuvarı Sorumlusu

Dr. Alper İŞLEYEN



İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ	1
2. ÇALIŞMANIN AMACI	2
3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI.....	2
4. KULLANILAN METOTLAR	2
5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI	2
6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	3
7. KAYNAKLAR.....	6
EK-1 ROBUST İSTATİSTİK	7

TABLolar

Tablo 1. Suda AKM tayini tayin sonuçları ve katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları metotlar/cihazlar	4
Tablo 2. Suda AKM tayini z-skoru dağılımları	5
Tablo 3. Sonuçların dağılımı.....	5

ŞEKİLLER

Şekil 1. Suda AKM tayini z-skorları.....	5
--	---

1. GİRİŞ

Doğal ve atık sularda bulunan askıda veya çözünmüş haldeki maddeler katı maddeler olarak adlandırılır. Toplam katı madde, filtre edilebilen ve filtre edilemeyen katıların toplamıdır. Filtre edilebilen katı maddeye çözünmüş katı madde, filtre edilemeyen katı maddeye ise askıda katı madde denir. Yüksek derişimlerde katı madde içeren atık sular, arıtma tesisi çıkış suyu kalitesini ve alıcı ortamını olumsuz yönde etkilerler. Alıcı su ortamlarında katı madde miktarları fazla bulunursa çökelmelere ve dip çamuru oluşmasına neden olur. Yüksek oranda katı madde içeren sular, içme suyu ve endüstriyel amaçlı su temininde kullanılmazlar. Nehir kirlenmesi kontrol çalışmalarında Askıda katı maddeler çökebilir katı maddeler olarak dikkate alınır. Katı madde miktarı suyun yumuşatma işleminde seçilecek yöntemi belirlemede önemlidir.

Bir laboratuvarın yaptığı test ve ölçümlerin güvenilirliği, yaptığı ölçümlerin kalitesi ile belirlenir. Ölçüm kalitesi ise ölçüm sonuçlarının doğruluğu ve tekrarlanabilirliği ile doğru orantılıdır. Laboratuvar yeterlilik testleri, test ve ölçüm yapan laboratuvarların performansının belirlenmesinde önemli bir araçtır ve laboratuvarın kendi performansını diğer laboratuvarlarla karşılaştırma olanağı sağlar.

TÜBİTAK UME Kimya Grubu Laboratuvarları yeterlilik testlerinin önemini göz önüne alarak laboratuvarlarda yapılan analitik ölçümlerin performansını belirlemek amacıyla yeterlilik testi çalışmaları organize etmektedir. Suda AKM ile ilgili yeterlilik testlerinin düzenlenmesine ilk kez 2011 yılında başlanmıştır.

Bu dönem düzenlenen çalışmada, çalışmaya katılmayı bildiren 11 laboratuvara 14 Ekim 2014 tarihinde kargo ile gönderilmiş ve laboratuvarlardan analiz sonuçlarını 14 Kasım 2014 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

2. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada, suda AKM tayini yapan laboratuvarlarının performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır.

3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışmanın amacı, organizatörler, çalışmaya katılım koşulları, test örneği hakkında bilgi, çalışma programı, tayin edilecek parametreler, kullanılacak metotlar, sonuçların raporlanması ve çalışmanın gizliliği ile ilgili esasları içeren çalışma protokolü <http://www.ume.tubitak.gov.tr/tr/lak/kimya-grubu-laboratuvarlari-yeterlilik-testi-listesi> adresinde yayınlanmıştır. Katılımcı laboratuvarlardan, çalışmalarını bu protokole uygun olarak yürütmeleri istenmiştir. Protokol katılımcılara ayrıca e-posta ile de gönderilmiştir.

Test örneği olarak selüloz mikrokristalin (MERCK marka) eklenerek hazırlanmış olan içme suyu örneği kullanılmıştır. Hazırlanan test örneği 4 saat karıştırılarak homojen hale getirmiştir. Yaklaşık 250 ml su örneği önceden temizlenmiş yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE) şişelerde paketlenerek çalışmaya katılmayı bildiren 11 laboratuvara 14 Ekim 2014 tarihinde kargo ile gönderilmiştir.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilmiştir. Laboratuvarların test örneğini analiz ederek sonuçları 14 Kasım 2014 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

4. KULLANILAN METOTLAR

Laboratuvarların test metodu olarak laboratuvarlarında rutin analizlerde uyguladıkları metotları kullanarak test örneğini analiz etmeleri istenmiştir. Analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilmektedir.

5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI

Katılımcı laboratuvarlardan ölçüm sonuçlarının ortalamasını, belirsizlik hesaplamasının yapılması durumunda belirsizlik değerlerini, yapılmadığı durumda standart sapma değerlerini, analizlerde kullandıkları cihaz ve metodu kendilerine verilen kullanıcı adı ve şifresini kullanarak <http://www.ume.tubitak.gov.tr/tr/lak/kimya-grubu-laboratuvarlari-yeterlilik-testi-listesi> adresinde bulunan “VERİ GİRİŞİ” bölümüne girmeleri istenmiştir.

6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada, referans değer katılımcı laboratuvar sonuçlarının ortancası (median) (bkz. Ek-1) alınarak belirlenmiştir. Sonuçların değerlendirilmesinde kullanılan standart sapma değeri ise referans değer % 10'i alınarak belirlenmiştir.

Bu çalışmada aykırı değerler “Grubbs’ Test”e göre belirlenmiş olup Tablo 1’de kırmızı renkte verilmiştir.

Katılımcı laboratuvarların z-skoru değerleri eşitlik (1) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$z = \frac{x - X}{\sigma} \quad (1)$$

Burada,

X : referans değer

x : katılımcı laboratuvar sonucu

σ : Yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma

$|z| \leq 2,0$ ise analiz uygundur.

$2,0 < |z| < 3,0$ ise arası kabul edilebilir, ancak problemin irdelenmesi gerekir.

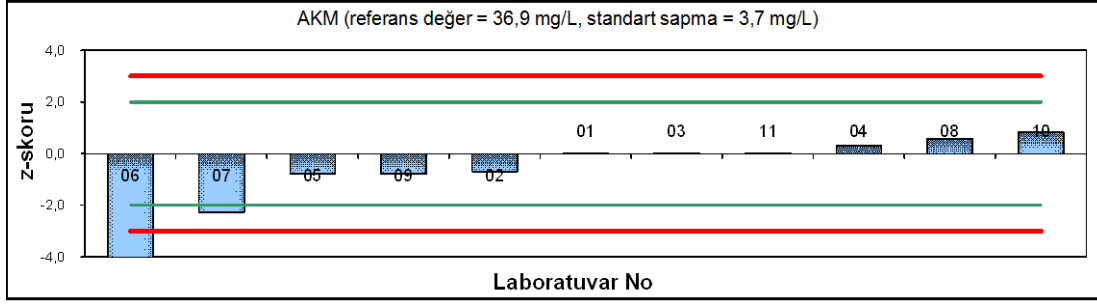
$|z| \geq 3,0$ ise analiz kabul edilemez, düzeltici faaliyet uygulanmalıdır.

Laboratuvar sonuçları Tablo 1’de, z-skorlarının grafiksel değişimi ise Şekil 1’de verilmiştir.

Tablo 2’de z-skoru dağılımları, Tablo 3’te ise sonuçların dağılımları verilmiştir.

Tablo 1. Suda AKM tayini tayin sonuçları ve katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları metotlar/cihazlar

Lab. No	Referans değer = 36,9 mg/L					
	Standart sapma = 3,7 mg/L					
	Sonuç (mg/L)	s (mg/L)	Belirsizlik (mg/L)	z	Kullanılan Metot	Kullanılan Cihaz
01	36,93	1,665	-	0,0	TS EN 872	Vakum pompası, Etüv, Terazî
02	34,3478	-	-	-0,7	SM:2540:B-C-D-E	Vakum cihazı, Hassas terazî, Etüv
03	37	0,50	5,11	0,0	TSE EN 872/Haziran 2007	Terazî, Etüv, Süzme Ünitesi
04	38,0	-	-	0,3	SM 2540 D	AKM Seti, Etüv, Terazî
05	34	-	1	-0,8	SM 2540 D (103-105 oC'de Kurutma)	Vakumlu süzme aparatı, Etüv, Hassas terazî
06	12	-	-	-6,7	SM2450	-
07	28,5	0,7	-	-2,3	TS EN 872	Filtre, Terazî, Süzme seti, Etüv
08	39,035	0,5	3,3	0,6	STMD-2005	Etüv ,Terazî
09	34	-	-	-0,8	SM 2540 D	-
10	40	0,48	1,92	0,8	SM 2540D	Vakum pompası, Etüv
11	37	0,51	1,247	0,0	SM 2540 D	AKM Filtrasyon ünitesi



Şekil 1. Suda AKM tayini z-skorları

Tablo 2. Suda AKM tayini z-skoru dağılımları

z-skoru	$ z \leq 2,0$		$2,0 < z < 3,0$		$ z \geq 3,0$		Tüm Katılımcı Sayısı
	Katılımcı Sayısı	%	Katılımcı Sayısı	%	Katılımcı Sayısı	%	
AKM	9	82	1	9	1	9	11

Tablo 3. Sonuçların dağılımı

AKM	
Laboratuvar sayısı (n)	11
Median (mg/L)	36,9
Ortalama değeri (mg/L)	33,7
Referans değeri (mg/L)	36,9
Standart sapma (mg/L)	3,7
Maksimum değeri (mg/L)	40
Minimum değeri (mg/L)	12
Dağılım aralığı (Maks-Min) (mg/L)	28,0

7. KAYNAKLAR

1. ISO/IEC 17043: 2010, Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing
2. ISO 13528: 2005, Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons
3. ISO/IEC 17025: 2005, General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
4. Farrant, T., Practical Statistics for the Analytical Scientist, RSC, 1997
5. Lawn, R.E., Thompson, M. and Walker F, R., Proficiency Testing in Analytical Chemistry, RSC, 1997
6. Thompson, M., Ellison, S.R. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, Pure & Appl. Chem., Vol. 78, No. 1, p. 145-196, 2006
7. Thompson, M. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Chemical Analytical Laboratories, Pure&Appl. Chem., Vol. 65, No. 9, p. 2123-2144,1993
8. <http://www.graphpad.com/quickcalcs/grubbs2/>
9. Suda AKM Tayini Yeterlik Testi Çalışması Protokolü, Ekim 2014

EK-1 ROBUST İSTATİSTİK

Robust istatistik ile veri setinde outlier yapmadan tüm verileri dikkate alarak değerlendirme yapılır. Bu durumda ortalama değer olarak median kullanılır.

Robust Ortalama (median)

Konsensus değer tüm katılımcıların sonuçlarının robust ortalaması (median) alınarak hesaplanabilir. Robust ortalama basit olarak median olarak tanımlanır.

Tüm sonuçlar ($x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$) en küçükten en büyüğe doğru sıra dizilir. Sıraya dizilen sonuçlarda sonuç sayısı tek ise en ortadaki değer, eğer sonuç sayısı çift ise ortadaki iki değer ortalaması alınarak hesaplanan değer median'dır.

Simetrik bir dağılımda median ve ortalama değer birbirinin aynıdır. Median çok farklı değerlerden etkilenmez.

$$X = \begin{cases} X_m & n \text{ tek sayı ise } 1, 3, 5 \\ \frac{X_m + X_{m+1}}{2} & n \text{ çift sayı ise } 2, 4, 6 \end{cases}$$

Örnek

Sonuç (g)	5,6	5,4	5,5	5,4	5,6	5,3	5,2
Küçükten büyüğe sıralanmış değerler							
Sonuç (g)	5,2	5,3	5,4	5,4	5,5	5,6	5,6

Median = 5,4