



ATIK SUDA METAL TAYİNİ YETERLİLİK TESTİ ÇALIŞMASI PROTOKOLÜ

**TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI**

Protokol No: KAR-G3RM-130.2013

Ekim 2013
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	3
8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI	3
9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	3
10. GİZLİLİK	3
10. KAYNAKLAR	4

1. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada atık suda metal (As, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, 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” standardına uygun olarak TÜBİTAK UME Referans Malzemeler Laboratuvarı tarafından düzenlenmektedir.

Yazışma adresi:

TÜBİTAK UME
TÜBİTAK Gebze Yerleşkesi
Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. No: 1
41470 Gebze / KOCAELİ
T +90 262 679 5000 - 6400 F +90 262 679 5001
www.ume.tubitak.gov.tr

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

Teknik Komite: Fatma AKÇADAĞ, Betül ARI, Murat TUNÇ, Oktay CANKUR ve Nilgün TOKMAN

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. Hazırlanan test örneğine Tablo 1’de verilen derişim aralıklarında metaller eklenmiştir. Numunenin **4 °C’ da** saklanması gerekir. 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.

Tablo 1. Atık suya eklenen metal miktarları

Atık Suda Metal	Parametre	Çalışma aralığı (µg/L)
	Arsenik (As)	10 - 200
	Kadmiyum (Cd)	100 - 1000
	Krom (Cr)	100 - 1000
	Bakır (Cu)	100 - 1000
	Cıva (Hg)	10 - 100
	Demir (Fe)	100 - 1500
	Nikel (Ni)	100 - 1500
	Kurşun (Pb)	100 - 1500
	Çinko (Zn)	100 - 1500

5. ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışma yılda iki kez düzenlenir. Belirlenen derişimlerde sertifikalı referans maddeler eklenerek hazırlanan atık suya kararlı hale gelmesi için yaklaşık % 2 nitrik asit ilave edilir (pH < 1,2) ve 2-4 saat karıştırılarak homojen hale gelmesi sağlanır. Hg için ayrı bir numune hazırlanarak % 2 nitrik asit (pH < 1,2) ve 1 ppm altın çözeltisi ilave edilir. Yaklaşık 250 ml (As, Cd, Cr, Cu, Fe, Ni, Pb ve Zn içerir) ve 150 ml (Hg içerir) önceden nitrik asit ile temizlenmiş yüksek yoğunluklu polietilen şişelerde (HDPE) paketlenerek katılımcı laboratuvarlara ayrı ayrı gönderilir. Laboratuvarların test örneğini analiz ederek, sonuçları <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> web sayfasındaki “VERİ GİRİŞİ” bölümü doldurup **22/11/2013** tarihine kadar göndermeleri gerekir. Veri girişi 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. Değerlendirme işlemi sonucunda 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 yayınladıktan 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, Hg, Ni, Pb ve Zn tayinleri yapılacaktır.

7. KULLANILACAK METOTLAR

Laboratuvarlara, rutin analizlerde uyguladıkları metodu kullanarak test örneğini analiz etmeleri, analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlemin uygulanmaması önerilmektedir.

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, belirsizlik hesaplamasının yapılması durumunda belirsizlik değerlerini, yapılmadığı durumda standart sapma değerlerini, analizlerde kullandıkları cihaz ve metodu <http://www.ume.tubitak.gov.tr/lak/kimya/> adresinde bulunan “VERİ GİRİŞİ” bölümünden göndermeleri istenir. Sonuçların **22/11/2013** tarihine kadar gönderilmesi gerekir. Zamanında gönderilmeyen sonuçlar değerlendirmeye alınmaz. Sonuçların iki basamaklı raporlanmalıdır.

9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada referans değer TÜBİTAK UME İnorganik Kimya Laboratuvarı tarafından belirlenir.

z-skoru:

z-skorları (9.1) eşitliği kullanılarak hesaplanır.

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

Burada,

X : referans değer
x : katılımcı laboratuvar sonucu
 σ : Yeterlilik testi değerlendirmesi 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. ISO/IEC 17025 General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories, 2005
3. 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
4. ISO 13528 Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, 2005