

ULAG

4. ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU ve GÜVENLİĞİ SEMPOZYUMU VE SERGİSİ

25-26-27 NİSAN 2018

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ DAVUTPAŞA KAMPÜSÜ
2010 AVRUPA KÜLTÜR BAŞKENTİ
KONGRE VE KÜLTÜR MERKEZİ

TS EN ISO/IEC
17025 STANDARDI
2017 REVİZYONU



SEMPOZYUM SUNUMLARI



TMMOB KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI

Teşekkürlerimizle...

Destekleyen Kurumlar

TÜRKAK-TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜBİTAK MAM

TÜBİTAK UME

TMMOB ÇEVRE MÜHENDİSLERİ ODASI

TMMOB GIDA MÜHENDİSLERİ ODASI

TURKLAB

Etkinlik Sponsorları

ANT TEKNİK (Gümüş Sponsor)

İKMİB (Etkinlik Sponsoru)

Diğer Sergi Katılımcıları

İZAYDAŞ

REFERANS KİMYA LTD.

AYGEN TEKNİK

TECHİN LABORATUAR CİHAZLARI

MADEL DANIŞMANLIK VE EĞİTİM LTD.ŞTİ.

iWorkBetter LABORATUVAR YÖNETİMİ YAZILIMI

TERRALAB

TMMOB MAKİNE MÜHENDİSLERİ ODASI



TMMOB KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI

4. ULAG

4. ULUSAL LABORATUVAR
AKREDİTASYONU ve GÜVENLİĞİ
SEMPOZYUMU VE SERGİSİ

25-26-27 NİSAN 2018

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ DAVUTPAŞA KAMPÜSÜ
2010 AVRUPA KÜLTÜR BAŞKENTİ
KONGRE VE KÜLTÜR MERKEZİ

TS EN ISO/IEC
17025 STANDARDI
2017 REVİZYONU

SEMPOZYUM PROGRAMI

SPONSORLAR



ETKİNLİK SPONSORU

İKMİB İstanbul
Kimyevi Maddeler ve Mamulleri
İhracatçıları Birliği
Istanbul Chemical and Chemical Products Engineers' Association

GÜMÜŞ SPONSOR

ANT TEKNİK

DESTEKLEYEN
KURULUŞLAR



turk|lab
Kalibrasyon ve Deney Laboratuvarları Derneği



Sempozyum Sekreteryası

TMMOB Kimya Mühendisleri Odası İstanbul Şubesi

Caferağa Mah. General Asım Gündüz Cad. No:37 Yeşiner Apt.

B Blok D:7 K:4 Kadıköy-İstanbul

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

www.kmo.org.tr

e-posta: istanbul@kmo.org.tr

www.ulagsempozyum.org
ulag@kmo.org.tr

ULAG

1. GÜN
25 Nisan 2018

4. ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ
SEMPOZYUMU VE SERGİSİ PROGRAMI

| | |
|-----------------|---|
| 09:00 - 09:30 |  KAYIT |
| 09:30 - 10:00 |  AÇILIŞ KONUŞMALARİ |
| 1.OTURUM | Oturum Başkanı: Dr. Halil İbrahim ÇETİN |
| 10:00 - 11:00 | TS EN ISO/IEC 17025: 2017 Revizyonu ile Gelen Yenilikler ve TÜRKAK Politikaları Aslıhan ÜNÜVAR / TÜRKAK |
| 11:00 - 11:15 | Çay-Kahve İkramı |
| 2.OTURUM | Oturum Başkanı: Soner KARATAŞ |
| 11:15 - 11:45 | TS EN ISO/IEC 17025:2017 Kapsamında Laboratuvarda Risk Temelli Düşünce Yaklaşımı Ezgi TOK ÜNLÜ / TÜRKAK |
| 11:45 - 12:15 | TS EN ISO/IEC 17043 ve ISO 17034 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler Tuğçe AKKAYA / TÜRKAK |
| 12:15 - 12:30 | TÜRKAK Yeterlik Testi Bilgi Sistemi (YETBİS) Tuğçe AKKAYA / TÜRKAK |
| 12:30 - 13:30 | Öğle Yemeği Arası |
| 3.OTURUM | Oturum Başkanı: Ömer GÜZEL |
| 13:30 - 14:10 | Metot Teyidi/Doğrulaması ve Bu Çalışmalarda Bilinmesi Gereken İstatistiksel Teknikler Taylan ÇORUH / Kimya Mühendisleri Odası |
| 14:10 - 14:50 | Numune Alma Belirsizliği Yrd. Doç. Dr. Perihan YOLCI ÖMEROĞLU / Uludağ Üniversitesi |
| 14:50 - 15:00 | Çay ve Kahve Arası |
| 15:00 - 15:30 | Ölçüm Belirsizliği Hesaplama Metotları ve Hesaplama Yapılan Hatalar Taylan ÇORUH / Kimya Mühendisleri Odası |
| 15:30 - 16:00 | Düşük Derişimlerde Nicel Analiz ve Algılama Sınırı (LOD) Hesaplamaları Murat TUNÇ / TÜBİTAK UME |
| 16:00 - 16:15 | Çay ve Kahve Arası |
| 16:15 - 17:30 | PANEL – FORUM: TS EN ISO/IEC 17025 Sorular ve Öneriler Moderatör: Atakan BAŞTÜRK |

2. GÜN
26 Nisan 2018

**4. ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ
SEMPOZYUMU VE SERGİSİ PROGRAMI**

| PARALEL OTURUMLAR | Özel Eğitim Oturumları |
|----------------------------|---|
| 09:00 - 09:45 SALON A1 | Mikrobiyolojik Analizlerde Ölçüm Belirsizliği Uygulamaları Doç. Dr. Aysun YILMAZ / İstanbul Üniversitesi |
| 09:00 - 09:45 SALON A2 | Mekanik Testlerde Ölçüm Belirsizliği Uygulamaları Doç. Dr. Bülent AYDEMİR / TÜBİTAK UME |
| 09:50 - 10:45 ANA SALON | Farklı Deney Alanları Örnekleri Üzerinden Uygulamalı Metot Doğrulaması / Teyidi Taylan ÇORUH / Kimya Mühendisleri Odası |
| 10:45 - 11:00 | Çay-Kahve İkramı |
| 1.OTURUM | Oturum Başkanı: Müslüm AKGÖZ |
| 11:00 - 11:30 | Analitik Cihaz Validasyonu (Cihaz Performans Testleri- IQ+OQ+PQ) İbrahim AKDAĞ / Kimya Mühendisleri Odası |
| 11:30 - 12:00 | Deney Sonuçlarının Kalitesinin Güvence Altına Alınması Dr. Hayrettin ÖZER / TÜBİTAK MAM |
| 12:00 - 12:30 | Kalibrasyon ve Referans Malzeme Sertifikalarının Amaca Uygunluk Yönü ile Değerlendirilmesi Doç. Dr. Oktay CANKUR / TÜBİTAK UME |
| 12:30 - 13:30 | Öğle Yemeği Arası |
| 2.OTURUM | Oturum Başkanı: Doğan HALİS |
| 13:30 - 14:00 | Metot Geçerli Kılma, Doğrulama ve Ölçüm Belirsizliğinin Yeniden Gözden Geçirilmesi ve Yenilenmesi Kriterleri İbrahim AKDAĞ / Kimya Mühendisleri Odası |
| 14:00 - 14:30 | FTIR Spektrometre ile Raf Ömürlü Kimyasal Malzemelerin Kontrolü Dr. Raziye TAŞER / 1. Hava Bakım Fabrika Müdürlüğü |
| 14:30 - 15:00 | TÜBİTAK UME'de Referans Malzeme Üretimi, Sertifikalandırılması ve ISO Guide 34 Akreditasyonu Dr. Alper İŞLEYEN / TÜBİTAK UME |
| 15:00 - 15:15 | Çay-Kahve İkramı |
| 15:15 - 15:45 | TÜRKA - TÜRKLAB Denetçi Harmonizasyon Projesi Neşe GÜNEŞ / TÜRKLAB |
| 15:45 - 16:00 | Sosyal Sunum: Kimyayı Ne Kadar Bilmiyoruz Uğur AKKAYA / TÜBİTAK UME |
| 16:00 - 17:30 | PANEL – FORUM: TS EN ISO/IEC 17025 Sorular ve Öneriler Moderatör: Taylan ÇORUH |

3. GÜN
27 Nisan 2018

**4. ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ
SEMPZYUMU VE SERGİSİ PROGRAMI**

| 1.OTURUM | Oturum Başkanı: Erkan ARSLAN |
|-----------------|--|
| 09:30 - 10:00 | Güvenli Laboratuvar Tasarımı İclal YÜKSEL / TUBİTAK UME |
| 10:00 - 10:30 | Eğitim Kurumlarında Laboratuvar Güvenliği: Mevcut Durum, Güçlü ve Zayıf Yönleri Prof. Dr. Günay KOCASOY / Boğaziçi Üniversitesi |
| 10:30 - 11:00 | Laboratuvarlarda İyi Uygulamalar ve Laboratuvarlarda Ergonomik Kontrol Müjdat AYDIN / Kimya Mühendisleri Odası |
| 11:00 - 11:15 | Çay ve Kahve Arası |
| 11:15 - 11:50 | Yeşil Laboratuvar: İdealden Pratiğe Prof. Dr. Veli DENİZ / Kocaeli Dayanışma Akademisi (KODA) |
| 11:50 - 12:20 | Laboratuvar Çalışanlarının Sağlığı ve Güvenliği Nasıl Korunur? Dr. Celal MESTCİOĞLU / İstanbul Tabip Odası |
| 12:20 - 13:20 | Öğle Yemeği Arası |
| 2.OTURUM | Oturum Başkanı: Serkan KÜÇÜK |
| 13:20 - 14:00 | Laboratuvarlarda Risk Yönetimi ile ilgili Pratik Öneriler Ruhi ÖKTEM / Kimya Mühendisleri Odası |
| 14:00 - 14:30 | Laboratuvarlarda Çalışan Maruziyeti ve Meslek Hastalıkları, Deneyim Paylaşımı Dr. Özkan Kaan KARADAĞ / İstanbul Meslek Hastalıkları Hastanesi |
| 14:30 - 15:00 | Laboratuvarlarda Kimyasal Güvenlik (Chemical Security) Mustafa BAĞAN / Kimya Sanayicileri Derneği |
| 15:00 - 15:15 | Çay ve Kahve Arası |
| 15:15 - 16:30 | PANEL – FORUM: Laboratuvar Güvenliği Moderatör: Prof. Dr. Veli DENİZ |

1. GÜN

SUNUMLAR



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TS EN ISO/IEC 17025:2017 REVİZYONU İLE GELEN YENİLİKLER VE TÜRKAK POLİTİKALARI

ASLIHAN ÜNÜVAR

ISO/IEC 17025 Revizyonu Sunumunun İçeriği

- ISO/IEC 17025 standardının geçmişi
- Bir standardın güncellenmesi
- ISO/IEC 17025:2005'e göre ISO/IEC 17025:2017'deki temel farklılıkları
- Geçiş Süreci



ISO/IEC 17025

Deney-kalibrasyon laboratuvarlarının, yeterliliği için genel şartların yanı sıra bir laboratuvarın teknik açıdan doğru ve güvenilir sonuçlar üretme kabiliyetini ve teknik yeterliliğini ele almaktadır.

- ISO/IEC 17025, dünya genelindeki deney ve kalibrasyon laboratuvarlarının yeterliliğini oluşturmak için kullanılan bir standarttır.
- Bu yetkinlik, laboratuvarında ve organizasyonunda bazı özelliklerin varlığı ile güvence altına alınmıştır:
 1. Teknik olarak geçerli bir sonuç elde etme becerisi: Personel, bilgi, ekipman/donanım, malzeme ve proses
 2. Tarafsızlığı, tutarlılığı, güvenilirliği sağlamak için bir yönetim sistemi

ISO/IEC Guide 25:1990

General requirements for the competence of calibration and testing laboratories

General information ²⁰

Current status : Withdrawn

Publication date : 1990-12

Edition : 3

Technical Committee : ISO/CASCO Committee on conformity assessment

ICS : 03.120.20 Product and company certification. Conformity assessment

Previously

- ISO/IEC Guide 38:1983
- ISO/IEC Guide 45:1985
- ISO/IEC Guide 49:1986



Now withdrawn

- ISO/IEC Guide 25:1990



Revised by

- ISO/IEC 17025:1999

ISO/IEC 17025 “Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliği için Genel Şartlar”



1999 yılında ise ilk defa uluslar arası düzeyde akreditasyon hizmetini gerçekleştirmek için **harmonize bir standart** yayımlandı.

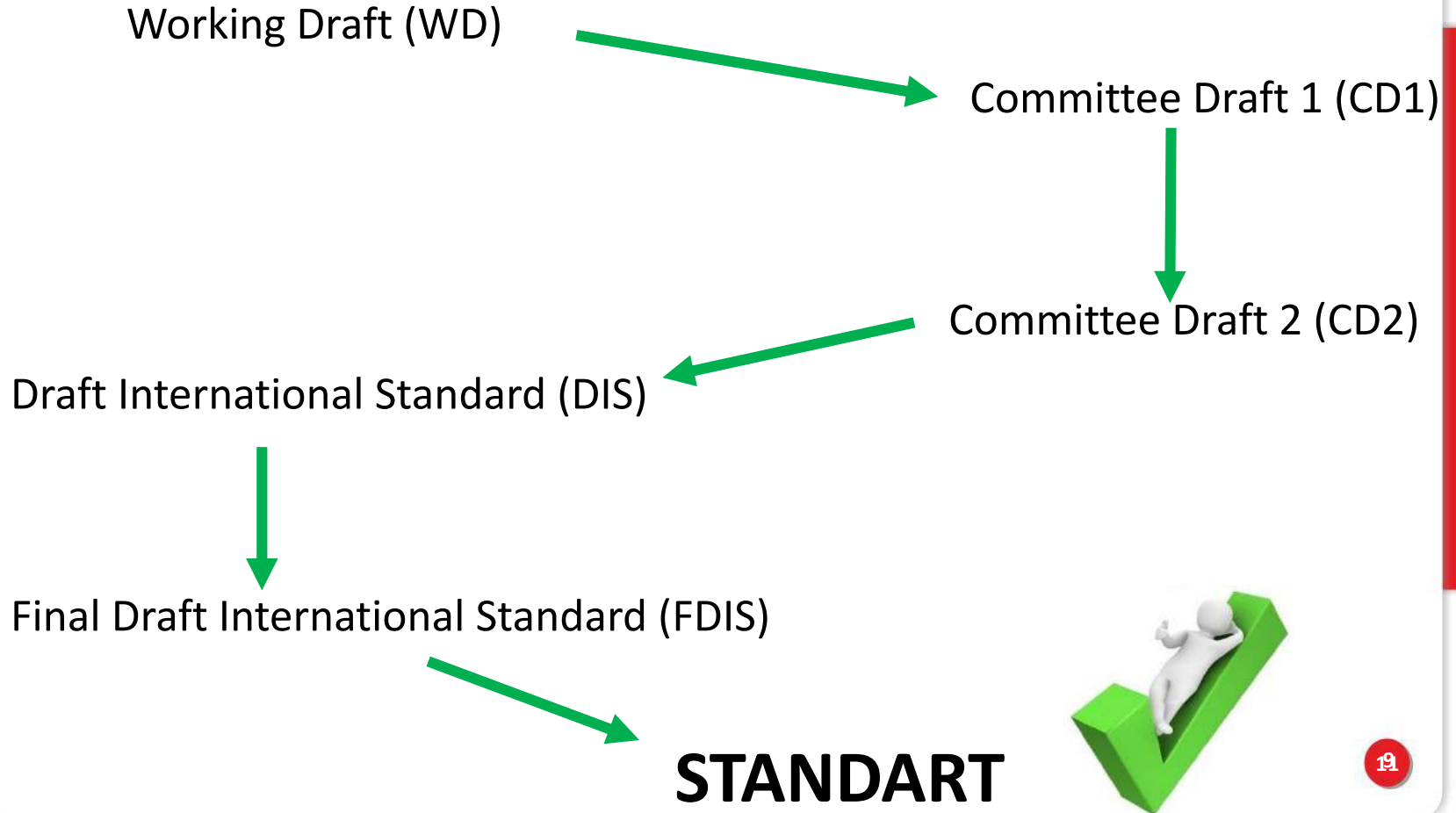


Standardın revizyonu ISO CASCO WG 44'de gerçekleştirildi. Çalışma grubu aracılığıyla ISO 17025 yönelik politika ve kuralları oluşturuldu ve standart güncellendi.

ISO CASCO

- CASCO: ISO'nun Uygunluk Değerlendirme Komitesi
- CASCO "Uygunluk Değerlendirme" ile ilgili politikaları geliştirir ve standartları yayınlar, uygunluk değerlendirme faaliyeti gerçekleştirmez.
- CASCO standart geliştirme faaliyetlerini bir çalışma grubu (Working group) aracılığıyla gerçekleştirir.
- WG görev alanlar ISO üyelerinin uzmanlarından oluşmaktadır.
- Uzmanlar Çalışma grubu tarafından üstlenilecek faaliyet alanında özel bilgilere sahip kişilerdir.

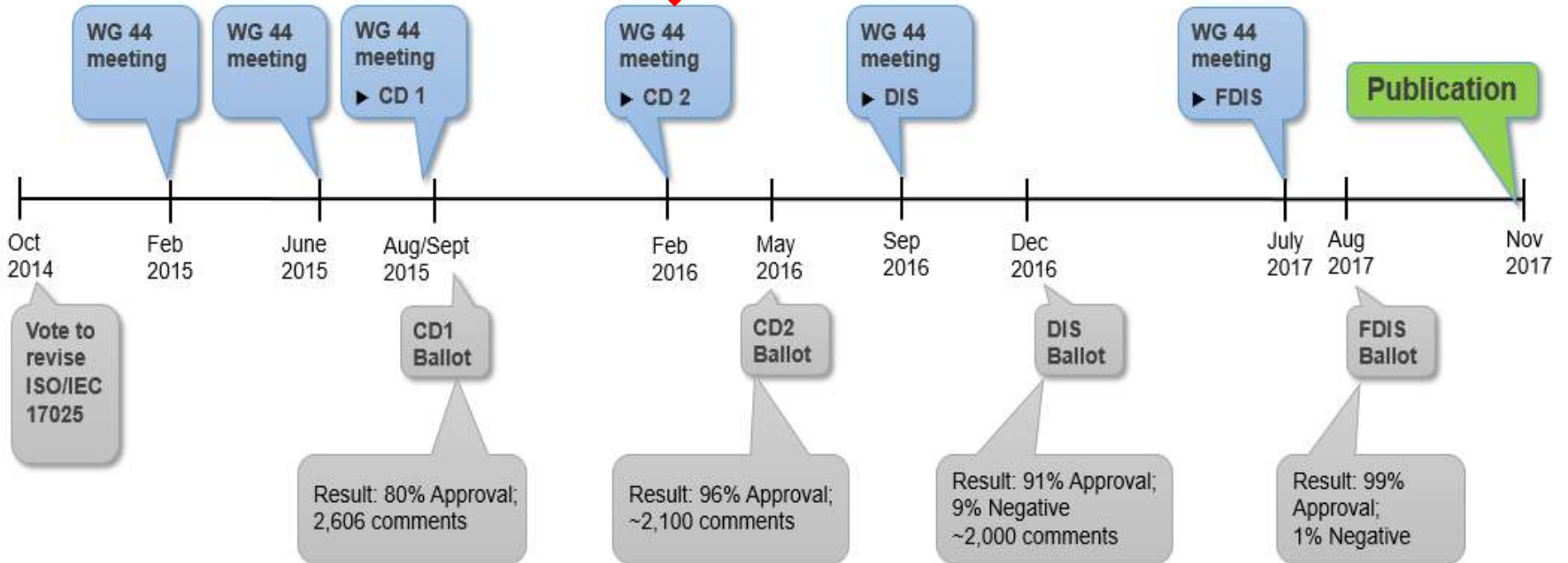
Standart Yayınlanma Planı



- **ISO/CASCO WG44 Başkanları:** Mr. Warren Merkel (ANSI), Steve Sidney (SABS), Heribert Schorn (IEC)
- **Sekretarya:** Anna Koroleva (CASCO Project Manager), Sean Mac Curtain (CASCO Secretary)
- WG üyeleri; çeşitli ülkelerin laboratuvarlar yetkileri, Standardizasyon ve/veya Akreditasyon Kurumu personeli, özel sektör temsilcilerinden vb. 150 kişilik ekipten oluşmuştur.

ISO CASCO WG 44, üç grubu bulunmaktadır: Draft, Task ve Working Grup

- **Draft Group**: Paydaşlardan gelen yorumları tek tek gözden geçirerek; sınıflandırır, değerlendirir, birleştirerek mantıklı hale getirir. Draft Grup; WG da görüşülmek üzere taslak dokümanı oluşturur.
- **Working Group**: Görüşmelerin yapıldığı geniş gruptur. Bütün katılımcılar yorumlar üzerinden yorum yapabilirler.
- **Task Group**: WG içerisinde daha hızlı sonuca ulaşmak amacıyla spesifik konular için belli sayıda gruplara bölünür.



Neden Revizyon Yapıldı?

Yakın zamanda gözden geçirilen ISO standartlarıyla yapıyı ve içeriği aynılaştırmak:

- ISO 9001: 2015
 - CASCO QS-CAS-PROC / 33, ISO/CASCO Standartlarındaki Ortak Öğeler: **tarafsızlık, gizlilik, şikayet, yönetim sistemi**
 - Diğer CASCO toolbox standartları: 17020, 17065, 17030, 17000, 17011 vb.
 - Piyasa koşulları, güncel uygulamaları ve teknolojilerdeki değişiklikleri yansıtmak
- Mümkün olduğunca 2005 versiyonundaki dil muhafaza edilmesi

Temel Değişiklikler

- Bu baskıda risk temelli düşüncenin uygulanmasıyla, kuralcı gerekliliklerin azaltılmasına ve kuralcı gerekliliklerin yerini performansa dayalı gerekliliklerle değiştirilmesine imkân tanındı.
- Bir önceki baskıya göre proses, prosedür, doküman ve bilgi ve organizasyonel sorumluluklar daha esnek oldu.
- Laboratuvar tanımına ekleme yapıldı.

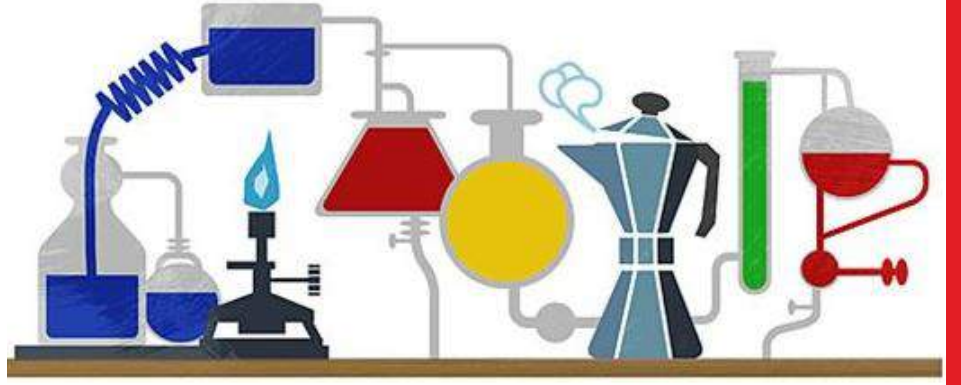
(ISO/IEC 17025:2017 önsöz)

Deney ve/veya kalibrasyon laboratuvarı ifadesinin laboratuvar faaliyetleri ile yer değiştirilmesi,

Laboratuvar Faaliyetleri

Laboratuvar faaliyetleri;

- Kalibrasyon
- Deney
- İlgili deney ve kalibrasyonu ilişkili olması durumunda (müteakip deney ve kalibrasyon faaliyeti) numune alma faaliyeti laboratuvar faaliyeti kapsamına alınmıştır.



EA Resolution 2015

- EA Genel Kurulunda, ISO/IEC 17000 A1.1, A2.1 ve A2.2'nin uygunluk değerlendirmesinin üç temel işlevinden biri olan numune almanın tek başına akredite edilmesinin uygun olduğu ve akreditasyon kuruluşlarının sorumluluğuna girdiği belirtildi.
- EA Genel Kurulu, ISO/IEC 17025 ve ISO/IEC 17020 kapsamında numune almanın bağımsız bir faaliyet olarak tek başına akredite edilebilir olduğuna karar verdi.

ISO CASCO WG 44 de ülke görüşlerine göre 'sampling' ile ilgili 41 ülke YES, 39 ülke NO şeklinde oy kullanmıştır. Laboratuvar faaliyetleri: Deney, kalibrasyon ve numune alma

Temel Değişiklikler

- Standart kapsamının revizyonu:

Deney, kalibrasyon, müteakip deney/kalibrasyon ile ilgili numune alma

- Yeni yapılandırılma

ISO/IEC uygunluk değerlendirme standartları ile uyumlaştırma

- Risk temelli düşünce

(ISO revizyon Broşürü)

Temel Değişiklikler

- Bilgi Teknolojilerine Odaklanma:

Bilgisayar sistemlerinin kullanımı, elektronik sonuç üretimi, elektronik kayıtlar ve raporlar, yazılımın geçerliliği vb.

- Terminolojilerin güncellenmesi ve netleşmesi:

Metrolojik izlenebilirlik, doğrulama, geçerli kılma, karar kuralı

(ISO revizyon Broşürü)

STANDART YAPISI

ISO 17000 Serisi Standartlar:

- Madde 5: YAPI «Neye benziyor?»
- Madde 6: KAYNAK «Neye ihtiyaç duyar?»
- Madde 7: PROSES «Ne yapması gerekir?»

Giriş

6 Kaynak Gereklilikleri

1 Kapsam

6.1 Genel

2 Bağlayıcı Atıflar

6.2 Personel

3 Terimler ve tarifler

6.3 Tesisler ve Çevre Şartları

4 Genel Gereklilikleri

6.4 Ekipman

4.1 Tarafsızlık

6.5 Metrolojik İzlenebilirlik

4.2 Gizlilik

6.6 Dışardan Sağlanan Ürünler ve Hizmetler

5 Yapısal Gereklilikleri

7 Proses Gereklilikleri

7.1 Taleplerin, Tekliflerin ve Sözleşmelerin Gözden Geçirilmesi

7.2 Metotların Seçimi, Validasyonu ve Verifikasyonu

7.2.1 Metot Seçimi ve Verifikasyonu

7.2.2 Metot Validasyonu

7.3 Numune Alma

7.4 Deney veya Kalibrasyon Malzemelerine Uygulanan İşlemler

7.5 Teknik Kayıtlar

7.6 Ölçüm Belirsizliğinin Değerlendirilmesi

7.7. Sonuçların Geçerliliğinin Güvencesi

7.8 Sonuçların Raporlanması

7.8.1 Genel

7.8.2 Raporların(Deney, kalibrasyon ya da numune alma) Ortak Gereklilikleri

7.8.3 Deney raporları- Özel Gereklilikler

7.8.4 Kalibrasyon Sertifikası- Özel Gereklilikler

7.8.5 Numune Almanın Raporlanması- Özel Gereklilikler

7.8.6 Uygunluk Beyanının Raporlanması

7.8.7 Görüş ve Yorumların Raporlanması

7.8.8 Raporlardaki Düzeltmeler

7.9 Şikâyetler

7.10 Uygun olmayan İşin yönetimi

7.11 Verilerin kontrolü ve Bilgi Yönetimi

8 Yönetim Sistemi Gereklilikleri

8.1 Seçenekler

8.2 Yönetim Sistemi Dokümantasyonu (Seçenek A)

8.3 Yönetim Sistemi Dokümanlarının Kontrolü (Seçenek A)

8.4 Kayıtların Kontrolü (Seçenek A)

8.5 Risk ve Fırsatlara Yönelik Faaliyetler (Seçenek A)

8.6 İyileştirme (Seçenek A)

8.7 Düzeltici Faaliyetler (Seçenek A)

8.8 İç Tetkik (Seçenek A)

8.9 Yönetimin Gözden Geçirmesi (Seçenek A)

YAPILANDIRMA

Tablo 1. ISO/IEC 17025:2005 ile ISO/IEC 17025:2017'in Genel Karşılaştırılması

| ISO/IEC 17025:2005 | ISO/IEC 17025:2017 |
|--|--|
| 0- Giriş | 0- Giriş |
| 1-Kapsam | 1-Kapsam |
| 2-Atıf Yapılan Standartlar ve Dokümanlar | 2-Atıf Yapılan Standartlar ve Dokümanlar |
| 3-Terimler ve Tarifler | 3-Terimler ve Tarifler |
| 4-Yönetim Şartları | 4- Genel Gereklilik 5- Yapısal Gereklilik 6- Kaynak Gereklilik 7-Proses Gereklilik β-Yönetim Gereklilik Ek B: Yönetim Sistemi |
| 5- Teknik Şartlar | 6- Kaynak Gereklilik 7-Proses Gereklilik Ek A: Metrolojik İzlenebilirlik |

- ISO/IEC 17025:2005'e göre yeni standart 8 ana başlıktan oluşmakta, standart gereklilikleri madde 4- 8 arasında ifade edilmektedir.

| | ISO/IEC 17025:2005 | ISO/IEC 17025:2017 |
|--------|--------------------|--------------------|
| shall | ~260 | ~220 |
| should | 44 | 2 |
| may | 42 | 6 |
| can | 20 | ~39 |

1. Kapsamı

Bu doküman; laboratuvar faaliyetlerinin

- yeterliliği,
- tarafsızlığı ve
- tutarlılığı için genel gereklilikleri kapsamaktadır.

Bu doküman, **personel sayısına bakılmaksızın** laboratuvar faaliyetlerini gerçekleştiren bütün kuruluşlara uygulanabilir.

2 Bağlayıcı Atıflar

ISO/IEC 17025:2017

ISO/IEC Guide 99 Uluslararası Metroloji Sözlüğü-Temel ve Genel Kavramlar ve ilgili terimler (VIM)

ISO/IEC 17000 Uygunluk değerlendirmesi - Terimler, tarifler ve genel prensipler

3 Terimler ve tarifler

ISO/IEC 17025:2017

Bu standart için, EN ISO/IEC 17000 ve ISO/IEC Guide 99 ve aşağıda verilen ilgili terimler ve tarifler geçerlidir.

ISO ve IEC standartlaştırmada kullanılacak terminolojik veritabanları aşağıdaki şekildedir:

- IEC Electropedia: available at <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: available at <http://www.iso.org/obp>

Aynı terim için birden fazla tanım bulunduğu durumlarda ISO/IEC 17000 ve ISO/Guide 99 daki tanımlar öncelik taşımaktadır.

3 Terimler ve tarifler

3.1 Tarafsızlık

Nesnelliğin varlığı

3.2 Şikayet

Herhangi bir kişi veya kuruluşun laboratuvara; laboratuvar faaliyetleri (3.6) ya da sonuçlarına ilişkin cevap beklenildiği yerlerde, yaptığı memnuniyetsizlik ifadesidir.

3.7 Karar Kuralı

Belirlenmiş bir gerekliliğe uygunluğu belirtirken ölçüm belirsizliğinin nasıl hesaba katıldığını açıklayan bir kural

3.8 Doğrulama

Belirli bir maddenin belirtilen şartları yerine getirdiğine dair objektif kanıt sağlanması

3.9 Geçerli kılma

Doğrulamada (3.8), belirlenen gerekliliklerin amaçlanan kullanım için yeterli olduğu durumlarda

4 Genel Gereklilikleri

4.1 Tarafsızlık

4.2 Gizlilik

4.1 Tarafsızlık

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|--------------------|-----------------------|
| 4.1 Tarafsızlık | |
| 4.1.1 | 4.1.4 ve 4.1.5 d |
| 4.1.2 | 4.1.5 d |
| 4.1.3 | 4.1.5 b ve 4.1.4 Not2 |
| 4.1.4 | YENİ |
| 4.1.5 | YENİ |

Tarafsızlık

- Yeni bir madde oluşturuldu.
- Devam eden süreçte/sürekli olarak tarafsızlık ile ilgili riskler tanımlanmalı
- Tarafsızlıkla ilgili riskleri ele almalı: finans, sözleşme, pazarlama (markalaşma dahil), personel, yönetim ve sahiplik, paylaşılan kaynaklar, yönetim ve satış komisyonu veya başka bir teşvik ödemesine dayalı yeni müşteriler
- Nasıl azaltacağı veya etkisizleştireceğini göstermeli

Yararlı Kaynak:

Euralab CookBook N°11 Induction of new staff members: terms

Euralab CookBook N°19 Impartiality

4.2 Gizlilik

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|--------------------|-----------------------|
| 4.2 Gizlilik | |
| 4.2.1 | 4.1.5. c) ve 4.13.1.3 |
| 4.2.2 | YENİ |
| 4.2.3 | YENİ |
| 4.2.4 | 4.1.5 c |

Gizlilik

- Müşteri farkındalığına güçlü bir vurgu
- Müşteri bilgilerini kamuya açık hale getirmeden önce müşteri bilgilendirilmeli
- Daha spesifik durumlar için daha detaylı yaklaşım

5 Yapısal Gereklilikleri

5 Yapısal Gereklilikleri

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|--------------------|--------------------|
| 5.1 | 4.1.1. |
| 5.2 | 4.1.6 ve 4.1.5 h |
| 5.3 | 4.2.2 b |
| 5.4 | 4.1.3 ve 4.1.2 |
| 5.5 | - |
| 5.5 a | 4.1.5 e |
| 5.5 b | 4.1.5 f |
| 5.5 c | 4.2.1 |
| 5.6 | 4.1.5 a ve i |
| 5.6 a | 4.1.5 a |
| 5.6 b | 4.1.5 a |
| 5.6 c | 4.1.5 a |
| 5.6 d | 4.1.5 i |
| 5.6 e | YENİ |
| 5.7 | - |
| 5.7 a | 4.1.6, 4.2.4 |
| 5.7 b | 4.2.7 |

Yapısal Gereklilikler

Yenilikler/değişiklikleri:

- Tüzel bir kişilik yada tüzel kişiliğin bir parçası olması
- Üst Yönetim ifadesi yerine laboratuvar yönetimi, işlevi devam etmektedir.
- "Kalite Yöneticisi" ve "Teknik Müdür" görev ve sorumlulukları devam etmektedir (5.6).
- Laboratuvar, faaliyet kapsamını yazmakla yükümlüdür (5.3). Faaliyet kapsamında kalıcı olarak dış sağlayıcı faaliyetleri dahil değildir.
- Sonuçların geçerliliği ve laboratuvar faaliyetlerinin uygulamasının istikrarlı bir şekilde temin etmek için prosedürler gerekli ölçüde dokümante edilmelidir(5.5 c)

6 Kaynak Gereklilikleri

6.1 Genel

6.2 Personel

6.3 Tesisler ve Çevre Şartları

6.4 Ekipmanlar

6.5 Metrolojik İzlenebilirlik

6.6 Dışardan Sağlanan Ürünler ve Hizmetler

6.2 Personel

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|--------------------------|-----------------------------|
| 6.2 Personel | 5.2 |
| 6.2.1 | 5.2.3 |
| 6.2.2 | 5.2.4 |
| 6.2.3 | 5.2.1 |
| 6.2.4 | 5.2.4 |
| 6.2.5 a, b,c, d, e, f | 5.2.2, 5.2.1, 5.2.3, 5.2.5 |
| 6.2.6 a, b, c | 5.2.5, 5.2.4 not, 5.2.1 not |

Personel

- Kadrolu veya sözleşmeli personeli ifadesi kaldırıldı.
- İç/dış personel ifadesi geldi.
- Personel yetkinliğinin vurgulanması
- Laboratuvar, faaliyetlerinin sonuçlarını etkileyen her bir işlev için öğrenim, nitelik, eğitim, teknik bilgi, beceri ve tecrübe gereklilikleri dâhil, **yetkinlik gerekliliklerini** yazılı hâle getirmesi
- Her bir görev için yetkinlik gerekliliklerini tanımlaması gerekmektedir (sadece yönetsel görevler değil, laboratuvar sonuçlarını etkileyen tüm görevler).
- Bununla birlikte, laboratuvar yönetimi personele görev, sorumluluk ve yetkisini iletmesi gerekliliği gelmiştir.

Yararlı Kaynaklar:

CookBook N°6 “How to assess the competence of staff”

CookBook N°11 “Induction of new staff members”

6.2.5 Laboratuvar aşağıdakiler için prosedürlere sahip olmalı ve aşağıdakilere ilişkin kayıtları saklamalıdır:

- a) yetkinlik gerekliliklerini belirleme;
- b) personel seçimi;
- c) personel eğitimi;
- d) Personel nezareti (gözetimi);
- e) personelin yetkilendirilmesi;
- f) personel yetkinliğinin izlenmesi.

6.3 Tesisler ve Çevre Şartları

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|--------------------------------|--------------------------------|
| 6.3 Tesisler ve Çevre Şartları | 5.3 Yerleşim ve çevre şartları |
| 6.3.1 | 5.3.1 |
| 6.3.2 | 5.3.1 |
| 6.3.3 | 5.3.2 |
| 6.3.4 a,b,c | 5.3.3, 5.3.4 |
| 6.3.5 | 5.3.1 |

Tesisler ve Çevre Şartları

Önemli bir deęişiklik bulunmamaktadır. Yeni standart, kalıcı tesislerin dışında deneyler gerçekleştirildiğinde, çevresel ve tesislerle ilgili gerekliliklerin karşılanmasını gerektirdiğini belirtmektedir.

6.4 Ekipmanlar

| 6.4 Ekipmanlar | 5.5 Cihazlar |
|----------------|----------------|
| 6.4.1 | 5.5.1 |
| 6.4.2 | 5.5.1 |
| 6.4.3 | 5.5.6 |
| 6.4.4 | 5.5.2 |
| 6.4.5 | 5.5.2 |
| 6.4.6 | 5.6.1 ve 5.5.2 |
| 6.4.7 | 5.5.2 |
| 6.4.8 | 5.5.8 |
| 6.4.9 | 5.5.7 |
| 6.4.10 | 5.5.10 |
| 6.4.11 | 5.5.11 |
| 6.4.12 | 5.5.12 |
| 6.4.13 | 5.5.5 |
| 6.4.13 a | 5.5.5 a |
| 6.4.13 b | 5.5.5 b |
| 6.4.13 c | 5.5.5 c |
| 6.4.13 d | 5.5.5 d |
| 6.4.13 e | 5.5.5 e |
| 6.4.13 f | YENİ |
| 6.4.13 g | 5.5.5 g |
| 6.4.13 h | 5.5.5 h |

Ekipman

«Cihaz» yerine Ekipman

Ekipman ile; ölçüm cihazları, RM, SRM, reaktif, sarf malzeme vb. ifade edilmektedir.

Cihazlar ne zaman kalibre ettirilir? (6.4.6):

- Ölçüm doğruluğu veya ölçüm belirsizliği sonuçların geçerliliğini etkiliyorsa
- Sonuçların metrolojik izlenebilirliğini sağlamak için kalibrasyon gerekiyorsa

ISO 17034'ün gerekliliklerini sağlayan üreticilerin (RMP) yetkin olduğu kabul edilmektedir.

6.5 Metrolojik İzlenebilirlik

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|-------------------------------|---------------------------------|
| 6.5 Metrolojik İzlenebilirlik | 5.6. Ölçümlerin İzlenebilirliği |
| 6.5.1 | 5.6.2.1 |
| 6.5.2 | 5.6.2.1.1 |
| 6.5.2 a | 5.6.2.1.1 Not 1 |
| 6.5.2 b | 5.6.2.1.2 ve 5.6.2.2.2 |
| 6.5.2 c | 5.6.2.1.1 |
| 6.5.3 | 5.6.2.1 ve 5.6.2.4 |
| 6.5.3 a | 5.6.2.1.2 ve 5.6.2.2.2 |
| 6.5.3 b | 5.6.2.1.2 ve 5.6.2.2.2 |

Metrolojik İzlenebilirlik

İzlenebilirlik amacı deęişmemiş, sadece daha açıklanmıştır, daha nettir.

Metrolojik izlenebilirlik üzerine yeni bir Bilgilendirici Ek A oluşturulmuştur. Ek A'da izlenebilirliğin nasıl oluşturulacağı ve gösterileceğine dair olasılıklar dahil edilmiştir.

6.5 Metrolojik İzlenebilirlik : Madde 5.6 Ölçümlerin İzlenebilirliği

Yararlı Kaynaklar: ILAC P-10

ISO 17034

| 6.6 Dışardan Sağlanan Ürünler ve Hizmetler | 4.5 ve 4.6 |
|--|----------------------------|
| 6.6.1 | 4.6.2 |
| 6.6.1 a | YENİ |
| 6.6.1 b | YENİ |
| 6.6.1 c | 4.6.2 |
| 6.6.2 | 4.6.1, 4.6.2, 4.6.3, 4.6.4 |
| 6.6.2 a | 4.6.3 |
| 6.6.2 b | 4.6.1, 4.6.4 |
| 6.6.2 c | 4.6.2 |
| 6.6.2 d | YENİ |
| 6.6.3 | YENİ |
| 6.6.3 a | 4.6.3 |
| 6.6.3 b | 4.6.3 |
| 6.6.3 c | YENİ |
| 6.6.3 d | YENİ |

Dışardan Tedarik Edilen Ürünler ve Hizmetler

Taşeron ve Hizmet ve satın alma maddeleri birleştirildi.

Tedarikçi denilince:

1- Laboratuvar faaliyeti: Taşeron: Müşteriye tedarikçinin kimliği ile ilgili bilgi verilmeli ve onayını alınmalı (7.1.1.c)

2- Laboratuvar fonksiyonu: Ürün ve hizmet: Müşteriye bildirmesine gerek yok

Ürünlere (örnek olarak referans malzemeler ve sarf malzemeler, yardımcı cihazlar, ölçüm standartları ve cihazlar) ve Hizmetlere (örnek olarak; kalibrasyon hizmetleri, numune alma hizmetleri, deney hizmetleri, tesis ve ekipman bakım hizmetleri, yeterlilik deneyi hizmetleri) açıklık getirildi.

6.6 Dışardan Sağlanan Ürünler ve Hizmetler: Madde 4.5 Deneylerin ve kalibrasyonların taşeronu verilmesi ve Madde 4.6 Hizmet ve malzemelerin satın alınması

7 Proses Gereklilikleri

7.1 Taleplerin, Tekliflerin ve Sözleşmelerin Gözden Geçirilmesi

7.2 Metotların Seçimi, Validasyonu ve Verifikasyonu

7.3 Numune Alma

7.4 Deney veya Kalibrasyon Malzemelerine Uygulanan İşlemler

7.5 Teknik Kayıtlar

7.6 Ölçüm Belirsizliğinin Değerlendirilmesi

7.7. Sonuçların Geçerliliğinin Güvencesi

7.8 Sonuçların Raporlanması

7.9 Şikâyetler

7.10 Uygun olmayan iş

7.11 Verilerin kontrolü ve Bilgi Yönetimi

7.1 Taleplerin, Tekliflerin ve Sözleşmelerin Gözden Geçirilmesi

| 7.1 Taleplerin, Tekliflerin ve Sözleşmelerin Gözden Geçirilmesi | 4.4 Taleplerin, Tekliflerin ve Sözleşmelerin Gözden Geçirilmesi |
|---|---|
| 7.1.1 | 4.4.1 |
| 7.1.1 a | 4.4.1 a |
| 7.1.1 b | 4.4.1 b |
| 7.1.1 c | 4.4.3 ve 4.5.2 |
| 7.1.1 d | 4.4.1. Not 1 |
| 7.1.2 | 5.4.2 |
| 7.1.3 | YENİ |
| 7.1.4 | 4.4.1 c |
| 7.1.5 | 4.4.4 |
| 7.1.6 | 4.4.5 |
| 7.1.7 | 4.7.1 Not 1 |
| 7.1.8 | 4.4.2 |

Taleplerin, Tekliflerin ve Sözleşmelerin Gözden Geçirilmesi

- Madde 7.1.3 karar kuralı oluşturulduğunda **müşteri** ile mutabık kılınmalı ve bildirilmeli
- **Müşteri** tarafından istenen sapmalar laboratuvarın bütünlüğünü ya da sonuçların geçerliliğini etkilememeli
- Bir laboratuvar faaliyetini dış sağlayıcıdan temin ederken (7.1.1 c) müşteriyi bilgilendirmeli ve **müşterinin onayını** alması gereklidir.

7.1 Taleplerin, Tekliflerin ve Sözleşmelerin Gözden Geçirilmesi = 4.4
Taleplerin, Tekliflerin ve Sözleşmelerin Gözden Geçirilmesi

| 7.2 Metotların Seçimi, Validasyonu ve Verifikasyonu | 5.4 Deney ve kalibrasyon metotları ve metodun geçerli kılınması |
|--|--|
| 7.2.1 Metot Seçimi ve Verifikasyonu | |
| 7.2.1.1 | 5.4.1 |
| 7.2.1.2 | 5.4.1 |
| 7.2.1.3 | 5.4.1 Not ve 5.4.2 |
| 7.2.1.4 | 5.4.2 |
| 7.2.1.5 | 5.4.2 |
| 7.2.1.6 | 5.4.3 , 5.4.5.3 Not 2 |
| 7.2.1.7 | 5.4.1 |
| 7.2.2 Metotların Validasyonu | |
| 7.2.2.1 | 5.4.5.2 |
| 7.2.2.2 | 5.4.5.2 Not 3 |
| 7.2.2.3 | 5.4.5.3 |
| 7.2.2.4 | 5.4.5.2 |
| 7.2.2.4 a | 5.4.5.2 |
| 7.2.2.4 b | 5.4.5.3 Not 1 |
| 7.2.2.4 c | Not 3 |
| 7.2.2.4 d | 5.4.5.2 |
| 7.2.2.4 e | 5.4.5.2 |

Metotların Seçimi, Validasyonu ve Verifikasyonu

Validasyon-verifikasyon kavramları netleştirildi.

Metottan sapma müşteri tarafından kabul edilmelidir.

ISO17025:2005 Not 3, yeni ISO17025:2017 de madde 7.2.2.2 de ifade edilmiştir.

7.2 Metotların Seçimi, Validasyonu ve Verifikasyonu: Madde 5.4.1 ve 5.4.2

Faydalı Kaynaklar:

CookBook N°1 "Validation of test and calibration methods"

CookBook N°15 "The assessment of the trueness of a measurement procedure by use of a reference material"

7.3 Numune Alma

| 7.3 Numune Alma | 5.7 Numune Alma |
|-----------------|-----------------|
| 7.3.1 | 5.7.1 |
| 7.3.2 | 5.7.1 Not 2 |
| 7.3.3 | 5.7.3 |
| 7.3.3 a | 5.7.3 |
| 7.3.3 b | 5.10.3.2 a |
| 7.3.3 c | YENİ |
| 7.3.3 d | 5.7.3 |
| 7.3.3 e | YENİ |
| 7.3.3 f | 5.7.3 |
| 7.3.3 g | 5.7.3 |
| 7.3.3 h | 5.7.2 |

Numune alma

Numune alma, yeni versiyonda deney ve kalibrasyon gibi bir laboratuvar faaliyeti olarak vurgulanmaktadır. **Bütün standart numune alma faaliyetleri için de geçerlidir.**

Standartların numune almayı ele alma şekli pek değişmedi. Bununla birlikte, ölçüm belirsizliğini değerlendirirken numune almanın katkısı dahil edilmelidir (Madde 7.6.1).

7.3 Numune Alma: 5.7, 5.8 Not 2, 5.10.2 h ve 5.10.3.2

Nordtest “Uncertainty from sampling. A Nordtest handbook for sampling planners and sampling quality assurance and uncertainty estimation.” (2007), NT tec 604/TR604 (www.nordicinnovation.net)

Eurachem Guide “Measurement uncertainty arising from sampling” (2007); https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/UfS_2007.pdf

7.4 Deney veya Kalibrasyon Malzemelerine Uygulanan İşlemler

| 7.4 Deney veya Kalibrasyon Malzemelerine Uygulanan İşlemler | 5.8 Deney veya Kalibrasyon Malzemelerine Uygulanan İşlemler |
|---|---|
| 7.4.1 | 5.8.1 ve 5.8.4 |
| 7.4.2 | 5.8.2 |
| 7.4.3 | 5.8.3 ve 5.10.3.1 a |
| 7.4.4 | 5.8.4 |

Deney veya Kalibrasyon Malzemelerine Uygulanan İşlemler

Gereklilikler temelde aynıdır.

Müşteri, deney veya kalibre edilecek numunede belirli koşullardan sapma talep ederse, laboratuvarında hangi sonuçların sapmadan etkilenebileceğini gösteren bir ifadeyi rapora ekler (Madde 7.4.3)

7.4 Deney veya Kalibrasyon Malzemelerine Uygulanan İşlemler: 5.8 Deney numunelerine ve kalibrasyona gelen cihazlara uygulanan işlemler

7.5 Teknik Kayıtlar

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|---------------------|-------------------------|
| 7.5 Teknik Kayıtlar | |
| 7.5.1 | 4.13.2.1 ve 4.13.2.2 |
| 7.5.2 | 4.13.2.3 |

Teknik Kayıtlar

Teknik kayıtlarda yapılan değişikliklerin önceki versiyonlarına veya orijinal gözlemlere kadar izlenmesini sağlamalı

Basılı kayıtlarını anımsatacak “**...silinerek veya karalanarak okunaksız hale getirilmemeli, hataların üstü çizilmeli ve yanına doğrusu...**” ifadeleri artık yok.

7.5 Teknik Kayıtlar: Madde 4.13.2 Kayıtların Kontrolü

7.6 Ölçüm Belirsizliğinin Değerlendirilmesi

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|---|------------------------------------|
| 7.6 Ölçüm Belirsizliğinin Değerlendirilmesi | 5.4.6 Ölçme belirsizliğinin tayini |
| 7.6.1 | 5.4.6.3 |
| 7.6.2 | 5.4.6.1 |
| 7.6.3 | 5.4.6.2 |

Ölçüm Belirsizliğinin Değerlendirilmesi

Numune almadan kaynaklanan ölçüm belirsizliğinin ilavesi
Kritik etkilere neden olan faktörlerin tanımlanması
Bütün laboratuvarlar, ölçüm belirsizliğinin katkılarını
belirlemeli

7.6 Ölçüm Belirsizliğinin **Değerlendirilmesi**: Madde 5.4.6
Ölçme belirsizliğinin **Tayini**

ISO/IEC Guide 98-3 (GUM), ISO/IEC Guide 98-3/Suppl 1, ISO/IEC Guide
98-3/Suppl 2,

ISO 5725, ISO 21748

| 7.7 Sonuçların Geçerliliğinin Güvencesi | 5.9 Deneysel ve kalibrasyon sonuçlarının kalitesinin güvencesi |
|---|--|
| 7.7.1 | 5.9.1 |
| 7.7.1 a | 5.9.1 a |
| 7.7.1 b | YENİ |
| 7.7.1 c | YENİ |
| 7.7.1 d | YENİ |
| 7.7.1 e | YENİ |
| 7.7.1 f | 5.9.1 c |
| 7.7.1 g | 5.9.1 d |
| 7.7.1 h | 5.9.1 e |
| 7.7.1 i | YENİ |
| 7.7.1 j | YENİ |
| 7.7.1 k | YENİ |
| 7.7.2 | YENİ |
| 7.7.2 a | 5.9.1 b |
| 7.7.2 b | 5.9.1 b |
| 7.7.3 | 5.9.2 |

Sonuçların Geçerliliğinin Güvencesi

Sonuçların geçerliliği farklı yollarla izlenebilir; laboratuvarın farklı tedbirleri nasıl kullanılacağı üzerine bir stratejisi olmalıdır.

Bu izleme planlanmalı ve gözden geçirilmeli.

İç ve dış geçerlilik parametrelerine açıklık getirilmesi

İç kontrol parametrelerine yeni örnekler verilmesi

7.7 Sonuçların **Geçerliliğinin** Güvencesi: Madde 5.9 Deney ve kalibrasyon sonuçlarının **kalitesinin** güvencesi

CookBook N°2 "Criteria for the selection of a proficiency testing scheme"

CookBook N°17 "ILC"

CookBook N°4.2 "Use of interlaboratory comparison data by laboratories - rev 2"

7.7. Sonuçların Geçerliliğinin Sağlanması

7.7.1 Laboratuvar, sonuçların geçerliliğini izlemek için bir prosedüre sahip olmalıdır. Sonuç olarak elde edilen veri, eğilimlerin tespit edilmesine olanak sağlayacak şekilde kaydedilmeli ve kullanılabilir olduğu yerlerde, sonuçları gözden geçirmek için istatistiksel teknikler kullanılmalıdır. Bu izleme planlanmalı ve gözden geçirilmeli, uygun olduğu durumda aşağıdakileri (bunlarla sınırlı kalmamak üzere) içermelidir:

- a) referans malzemelerin veya kalite kontrol malzemelerinin kullanımı;
- b) izlenebilir sonuçların elde edilmesi için kalibre edilmiş alternatif araçların kullanımı; **YENİ**
- c) ölçüm ve deney donanımının işlevsel denetimi/denetimleri; **YENİ**
- d) uygulanabilir olduğunda, kontrol şemalı denetim veya çalışma standartlarının kullanımı; **YENİ**
- e) ölçüm donanımının ara denetimleri; **YENİ**
- f) aynı veya farklı yöntemler kullanarak deney ve kalibrasyonların tekrarlanması;
- g) kalan ögelerin yeniden deneye veya kalibrasyona tabi tutulması;
- h) bir ögenin farklı karakteristiklerine ait sonuçlarının birbiriyle korelasyonu;
- i) raporlanmış sonuçların gözden geçirilmesi; **YENİ**
- j) laboratuvar içi karşılaştırmalar; **YENİ**
- k) kör numunenin/numunelerin deneye tabi tutulması. **YENİ**

7.8 Sonuçların Raporlanması

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|-----------------------------|--------------------|
| 7.8 Sonuçların Raporlanması | 5.10 |
| 7.8.1 Genel | - |
| 7.8.1.1 | 5.10.2 j |
| 7.8.1.2 | 5.10.1 |
| 7.8.1.3 | 5.10.1 |

Sonuçların Raporlanması

Raporun yayınlanma tarihi eklenmesi

Sonraki test veya kalibrasyon faaliyetleri için ölçüm belirsizliğini değerlendirmek amacıyla numune alma ile ilgili ölçüm belirsizliği

Görüş ve yorumların ayrıntılandırılması ve **sorumlu personelin yetkilendirilmesi**

Görüş ve yorumların kalibrasyon sertifikası için ifade edilmesi

Karar kuralı tanımlanırken ölçüm belirsizliğinin değerlendirilmesiyle ilişkilendirilmesi ve bunun raporlanması

Rapor formatına yeni eklenen maddeler

7.8 Sonuçların Raporlanması: Madde 5.10 Sonuçların Raporlanması

CookBook N° 8 "Determination of conformance with specifications or limit values with particular reference to measurement uncertainties - possible strategies"

| 7.8.2 Raporların Ortak Gereklilikleri | 5.10.2 Deney raporları ve kalibrasyon sertifikaları |
|---------------------------------------|---|
| 7.8.2.1 | 5.10.2 |
| 7.8.2.1 a | 5.10.2 a |
| 7.8.2.1 b | 5.10.2 b |
| 7.8.2.1 c | 5.10.2 b |
| 7.8.2.1 d | 5.10.2 c |
| 7.8.2.1 e | 5.10.2 d |
| 7.8.2.1 f | 5.10.2 e |
| 7.8.2.1 g | 5.10.2 f |
| 7.8.2.1 h | 5.10.2 g |
| 7.8.2.1 ı | 5.10.2 g |
| 7.8.2.1 j | YENİ |
| 7.8.2.1 k | 5.10.2 h |
| 7.8.2.1 l | 5.10.2 k |
| 7.8.2.1 m | 5.10.2 l |
| 7.8.2.1 n | 5.10.3.1 a ve 5.10.3.2 f |
| 7.8.2.1 o | 5.10.2 |
| 7.8.2.1 p | 5.10.6 |
| 7.8.2.2 | YENİ |

7.8.2 Raporların (Deney, kalibrasyon ya da numune alma) Ortak Gereklilikleri

j-Raporun yayınlanma tarihi;



7.8.2.2 Laboratuvar, bilginin müşteri tarafından sağlandığı durumlar haricinde raporda verilen tüm bilgilerden sorumlu olmalıdır: Müşteri tarafından sağlanan verinin açık bir şekilde tanımlanması gerekir. Ek olarak, bilginin müşteri tarafından sağlanması ve bu bilginin sonuçların geçerliliğini etkileyebilecek olması durumunda rapora bir uyarı konulmalıdır. Laboratuvarın numune alma aşamasına dair sorumluluğu bulunmadığı durumlarda (ör. numunenin müşteri tarafından sağlanmış olması), rapordaki sonuçların numunenin teslim alındığı hâli için geçerli olduğu raporda beyan edilmelidir.

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|---|---------------------------|
| 7.8.3 Deney Raporları için Özel Gereklilikler | 5.10.3 Deney raporları |
| 7.8.3.1 | 5.10.3.1 |
| 7.8.3.1 a | 5.10.3.1 a |
| 7.8.3.1 b | 5.10.3.1 b |
| 7.8.3.1 c | 5.10.3.1 c |
| 7.8.3.1 d | 5.10.3.1 d |
| 7.8.3.1 e | 5.10.3.1 e |
| 7.8.3.2 | 5.10.3.2 |

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|--|---|
| 7.8.4 Kalibrasyon Sertifikası için Özel Gereklilikler | 5.10.4 Kalibrasyon Sertifikaları |
| 7.8.4.1 | 5.10.4.1 |
| 7.8.4.1 a | 5.10.2.1 i |
| 7.8.4.1 b | 5.10.4.1 a |
| 7.8.4.1 c | 5.10.4.1 c |
| 7.8.4.1 d | 5.10.4.3 |
| 7.8.4.1 e | 5.10.4.2 |
| 7.8.4.1 f | YENİ |
| 7.8.4.2 | YENİ |
| 7.8.4.3 | 5.10.4.4 |

7.8.4 Kalibrasyon Sertifikası için Özel Gereklilikler

7.8.4.1 7.8.2’de listelenmiş olan gerekliliklere ek olarak, kalibrasyon belgeleri aşağıdakileri içermelidir:

a) ölçülen büyüklükle aynı birimde ya da ölçülen büyüklükle ilgili bir ifade olarak (ör. yüzde olarak) sonuca ait ölçüm belirsizliği;

NOT ISO/IEC Kılavuz 99’a göre bir ölçüm sonucu genellikle ölçüm birimi ve bir ölçüm belirsizliğini de içeren tek bir ölçüm miktarı değeri olarak ifade edilir.

b) ölçüm sonuçlarına etkisi olacak kalibrasyonların yapıldığı şartlar (ör. çevresel);

c) ölçümlerin metrolojik olarak izlenebilirliğini tanımlayan bir beyan;

d) mevcutsa, herhangi bir ayarlama veya onarım öncesi veya sonrasındaki sonuçlar;

e) ilgili olduğu yerlerde, şartlara ya da şartnameye uygunluk beyanı (bk. 7.8.6);

f) uygun olduğu yerlerde; görüş ve yorumlar (bk. 7.8.7).

YENİ

7.8.4.2 Laboratuvar numune alma faaliyetinden sorumlu olduğunda kalibrasyon belgeleri, kalibrasyon sonuçlarının yorumlanması için gerekli olduğu yerlerde 7.8.5’te listelenen gereklilikleri yerine getirmelidir.

YENİ

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|--|---------------------------|
| 7.8.5 Numune Almanın Raporlanması-Özel Gereklilikler | 5.10.3.2 |
| 7.8.5 a | 5.10.3.2 a |
| 7.8.5 b | 5.10.3.2 b |
| 7.8.5 c | 5.10.3.2 c |
| 7.8.5 d | 5.10.3.2 d |
| 7.8.5 e | 5.10.3.2 e |
| 7.8.5 f | YENİ |

7.8.5 Numune Almanın Raporlanması- Özel Gereklilikler

7.8.5

f-Müteakip deney veya kalibrasyon için ölçüm belirsizliğini değerlendirmek amacıyla gerekli bilgiler



| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|---------------------------------------|---------------------------|
| 7.8.6 Uygunluk Beyanının Raporlanması | |
| 7.8.6.1 | 5.10.4.2 |
| 7.8.6.2 | 5.10.3.1 b 5.10.4.1 b |
| 7.8.6.2 a | |
| 7.8.6.2 b | |
| 7.8.6.2 c | |

7.8.6 Uygunluk Beyanının Raporlanması

ISO/IEC 17025:2017

7.8.6.1 Şartname ya da standarda göre uygunluk beyanı sunulduğunda, laboratuvar uygulanan **karar kuralını risk seviyesini** (yanlış kabul ve yanlış ret ve istatistiksel varsayımlar gibi) dikkate alarak yazılı hâle getirmeli ve karar kuralını uygulamalıdır.



Not: Karar kuralı müşteri, yönetmelik veya normatif dokümanlar tarafından öngörülmesi halinde, ileri derece risk seviyesine gerek yoktur.

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|---|------------------------------------|
| 7.8.7 Görüş Ve Yorumların Raporlanması | 5.10.5 Görüşler ve yorumlar |
| 7.8.7.1 | 5.10.5 |
| 7.8.7.2 | 5.10.5 |
| 7.8.7.3 | 5.10.5 Not 3 |

- Görüş ve yorumların ayrıntılandırılması ve sorumlu personelin yetkilendirilmesi
- Görüş ve yorumların kalibrasyon sertifikası için ifade edilmesi

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|--------------------------------|---|
| 7.8.8 Raporlardaki Düzeltmeler | 5.10.9 Deney raporlarında ve kalibrasyon sertifikalarında yapılan değişiklikler |
| 7.8.8.1 | YENİ |
| 7.8.8.2 | 5.10.9 |
| 7.8.8.3 | 5.10.9 |

| ISO/IEC 17025:2017 | ISO/IEC 17025:2005 |
|---------------------------|---------------------------|
| 7.9 Şikayetler | 4.8 Şikayetler |
| 7.9.1 | 4.8 |
| 7.9.2 | YENİ |
| 7.9.3 | YENİ |
| 7.9.3 a | YENİ |
| 7.9.3 b | 4.8 |
| 7.9.3 c | YENİ |
| 7.9.4 | YENİ |
| 7.9.5 | YENİ |
| 7.9.6 | YENİ |
| 7.9.7 | YENİ |

Şikayetler

Şikayet terimi açıklanmış «**Herhangi bir kişi veya**»

Politika ve prosedür yerine **dokümante süreç ifadesi**

Şikâyet sahibine bildirilecek çıktılar, söz konusu laboratuvar faaliyetlerine dahil olmayan kişi(ler) tarafından yapılmalı, gözden geçirilmeli ve onaylanmalıdır.

- Şikayetin ele alınması için 2. bir kişiye ihtiyaç var:

‘Not: Bu, dış kaynaklı bir personel tarafından gerçekleştirilebilir.’

Laboratuvar şikayet sahibine şikayeti ele alma sonucunu resmi olarak bildirmeli

7.9 Şikayetler: Madde 4.8 Şikayetler

| 7.10 Uygun Olmayan İş | 4.9 Uygun olmayan Deney ve Kalibrasyon İşinin Kontrolü |
|-----------------------|--|
| 7.10.1 | 4.9.1 |
| 7.10.1 a | 4.9.1 a |
| 7.10.1b | YENİ |
| 7.10.1 c | 4.9.1 b |
| 7.10.1 d | 4.9.1 c |
| 7.10.1 e | 4.9.1 d |
| 7.10.1 f | 4.9.1 e |
| 7.10.2 | YENİ |
| 7.10.3 | 4.9.2 |

Uygun olmayan iş

Bu madde daha ayrıntılandırılmıştır.

Risk analizi ve etki analizi vurgulanmıştır.

7.10 Uygun olmayan İş: Madde 4.9 Uygun olmayan Deney ve Kalibrasyon İşinin Kontrolü

7.11 Verinin kontrolü ve Bilgi Yönetimi

| | |
|---|-------------------------|
| 7.11 Verinin Kontrolü ve Bilgi Yönetimi | |
| 7.11.1 | YENİ |
| 7.11.2 | 5.4.7.2 Not 5.4.7.2 a |
| 7.11.3 | - |
| 7.11.3 a | 5.4.7.2 b |
| 7.11.3 b | 5.4.7.2 b |
| 7.11.3 c | 5.4.7.2 c |
| 7.11.3 d | 5.4.7.2. b ve 5.4.7.2 c |
| 7.11.3 e | YENİ |
| 7.11.4 | YENİ |
| 7.11.5 | YENİ |
| 7.11.6 | 5.4.7.1 |

Bilgi Yönetim ve Veri Kontrolü

Laboratuvar, geleneksel ve elektronik bilgilere uygulanabilen bir bilgi yönetim sistemine sahip olabilir. Sistem geçerli kılınmalı ve korunmalıdır.

LIMS: Laboratuvar bilgi yönetim sistemleri

Laboratuvarın bilgi yönetim sistemleri dış sağlayıcı vasıtasıyla yönetildiğinde ve muhafaza edildiğinde, laboratuvar dış sağlayıcıların ya da operatörlerin **bu dokümanın bütün şartlarına uyduğundan emin olmalıdır**

7.11 Bilgi Yönetim ve Veri Kontrolü: 5.4.7 Verilerin Kontrolü ile 4.13 Kayıtların Kontrolü

CookBook № 12 "Use of Excel"

CookBook № 13 "Technical records"

8 Yönetim Sistemi Gereklilikleri

8.1 Seçenekler

8.2 Yönetim Sistemi Dokümantasyonu (Seçenek A)

8.3 Yönetim Sistemi Dokümanlarının Kontrolü (Seçenek A)

8.4 Kayıtların Kontrolü (Seçenek A)

8.5 Risk ve Fırsatlara Yönelik Faaliyetler (Seçenek A)

8.6 İyileştirme (Seçenek A)

8.7 Düzeltici Faaliyetler (Seçenek A)

8.8 İç Tetkik (Seçenek A)

8.9 Yönetimin Gözden Geçirmesi (Seçenek A)

8.1 Seçenekler

8.1.1 Genel

Laboratuvar bu dokümanın gerekliliklerini tutarlı bir şekilde başarılmasını destekleyen ve gösteren ve laboratuvar sonuçlarının kalitesine güvence veren bir yönetim sistemi kurmalı, bu sistemi yazılı hâle getirmeli, uygulamalı ve sürdürmelidir. Madde 4 ila 7'deki gerekliliklerin karşılanmasına ek olarak, laboratuvarlar yönetim sistemlerini Seçenek A ya da Seçenek B'ye uygun olarak uygulamalıdır.

NOT Daha fazla bilgi için Ek B'ye bakınız.

8.1.2 Seçenek A

Asgari olarak laboratuvarın yönetim sistemi aşağıdakileri ele almalıdır:

Yönetim sistemi dokümantasyonu (8.2)

Yönetim sistemi dokümanlarının kontrolü (8.3)

Kayıtların kontrolü (8.4)

Risklerin ve fırsatların ele alınma faaliyetleri (8.5)

İyileştirme (8.6)

Düzeltilici faaliyet (8.7)

İç tetkik(8.8)

Yönetimin gözden geçirmesi (8.9)

8.1.3 Seçenek B

ISO 9001' in gerekliliklerine uygun olarak bir yönetim sistemi kuran ve sürdüren, ve Madde 4 ile 7 gerekliliklerinin tutarlı bir şekilde yerine getirilmesini destekleme ve gösterme yeteneği olan bir laboratuvar aynı zamanda, yönetim sistemine dair 8.2 ile 8.9'da verilmiş gerekliliklerin en azından amacını yerine getirmiş sayılır.

8.2 Yönetim Sistemi Dokümantasyonu

| 8.2 Yönetim Sistemi Dokümantasyonu (Seçenek A) | 4.2 Yönetim sistemi |
|--|---------------------|
| 8.2.1 | 4.2.2 |
| 8.2.2 | 4.2.2 ve 4.1.5 d |
| 8.2.3 | 4.2.3 |
| 8.2.4 | 4.2.1 |
| 8.2.5 | 4.2.1 |

8.3 Yönetim Sistemi Dokümanlarının Kontrolü

| 8.3 Yönetim Sistemi Dokümanlarının Kontrolü (Seçenek A) | 4.3 Doküman kontrolü |
|---|----------------------|
| 8.3.1 | 4.3.1 |
| 8.3.2 | - |
| 8.3.2 a | 4.3.2.1 |
| 8.3.2 b | 4.3.2.2 b |
| 8.3.2 c | 4.3.3.2 |
| 8.3.2 d | 4.3.2.2 a |
| 8.3.2 e | 4.3.2.3 |
| 8.3.2 f | 4.3.2.2 c ve d |

8.4 Kayıtların Kontrolü

| | |
|--|-----------------------------|
| 8.4 Kayıtların Kontrolü (Seçenek A) | 4.13 Kayıtların kontrolü |
| 8.4.1 | 4.13.1.2 |
| 8.4.2 | 4.13.1.1, 2, 3 |

8.2-8.3-8.4

Gereklilikler sadeleştirilmiştir.

8.2 Yönetim Sistemi Dokümantasyonu (Seçenek A): 4.2
Yönetim Sistemi

8.3 Yönetim Sistemi Dokümantasyonu Kontrolü (seçenek
A): 4.3 Doküman Kontrolü

8.4 Kayıtların Kontrolü (Seçenek A): 4.13.1 Kayıtların
Kontrolü

8.5 Risk ve Fırsatlara Yönelik Faaliyetler

8.5 Risk ve Fırsatlara Yönelik Faaliyetler (Seçenek A)

8.5.1 Laboratuvar, laboratuvar faaliyetleriyle ilişkili risk ve fırsatları aşağıdaki amaçlar doğrultusunda değerlendirmelidir:

- a) yönetim sisteminin amaçlanan sonuçlara ulaştığının güvencesini vermek;
- b) laboratuvarın amaç ve hedeflerine ulaşması için fırsatları arttırmak;
- c) laboratuvar faaliyetlerinde istenmeyen etkiler ve olası arızaları önlemek veya azaltmak;
- d) iyileştirme elde etmek.

8.5 Risk ve Fırsatlara Yönelik Faaliyetler (Seçenek A)



8.5.2 Laboratuvar aşağıdakileri planlamalıdır:

- a) risk ve fırsatların ele alınmasına yönelik eylemleri;
- b) bu eylemlerin;
 - yönetim sistemine nasıl entegre edileceğini ve uygulanacağını;
 - etkililiğinin nasıl değerlendirileceğini.

NOT Bu dokümanda laboratuvarın riskleri ele almak için eylemler planlayacağı belirtilmekle birlikte, risk yönetimi veya yazılı bir risk yönetim sürecinde başvurulacak resmi yöntemlere dair herhangi bir gereklilik yoktur.

Laboratuvar, örneğin diğer kılavuz veya standartlara başvurmak suretiyle, bu doküman tarafından gerekli görülenden daha kapsamlı risk yönetim metodolojisi geliştirip geliştirmemeye karar verebilir.

8.5 Risk ve Fırsatlara Yönelik Faaliyetler (Seçenek A)

8.5.3 Risk ve fırsatları ele almak için yapılan eylemler laboratuvar sonuçlarının geçerliliği üzerindeki olası etkiyle orantılı olmalıdır.

NOT 1 Riskleri ele alma seçenekleri, tehditleri tanıma ve onlardan kaçınma, fırsat yakalamak için risk alma, risk kaynağını bertaraf etme, ihtimal veya sonuçları değiştirme, riski paylaşma veya bilgiye dayanan bir kararla riski kabul etmeyi içerebilir.

NOT 2 Fırsatlar laboratuvar faaliyetlerinin kapsamının genişlemesine, yeni müşterilere hitap edilmesine, yeni teknoloji kullanılmasına ve müşteri ihtiyaçlarına hitap eden diğer olanakların oluşmasına neden olabilir.



Bazı kelimeler, gereksinimlerin uygulanmasına yardımcı olmak için ilgili risklerin değerlendirilmesini teşvik edebilir. Örneğin;

- yeterli (madde 7.2.1.2, madde 7.5.1),
- uygun (madde 6.3.1, 8.3.2),
- önlemek-engellemek (madde 5.6.c, 6.3.4, 6.4.3, 6.4.9, 6.4.12, 7.7.3, 8.3.2, 8.5.1.c),
- sağlamak (madde 5.5.c,)
- kritik (madde 7.6.3, 7.8.2.1)

Risk ve Fırsatlara Yönelik Faaliyetler

Madde yenidir ve önleyici eylemler kavramının yerini almıştır.

Risk yönetimi ya da dokümente risk yönetim proses için zorunlu bir metot/metodoloji dayatılmamıştır.

Laboratuvar hangi risk ve fırsatları ele alacağını karar vermekle yükümlüdür.

Riskler

- 4.1.4 Tarafsızlık riski
- 7.8.6.1 Karar kuralı
- 7.10.1 Uygun olmayan iş
- 8.6 İyileştirme
- 8.7.1 Düzeltici Faaliyet
- 8.9 YGG

8.6 İyileştirme

| | |
|-----------------|--|
| 8.6 İyileştirme | 4.10 İyileştirme ve 4.7 Müşteriye Hizmet |
| 8.6.1 | 4.10 |
| 8.6.2 | 4.7.2 |

İyileştirme

İyileştirme ve müşteriye hizmet tek bir maddede birleştirildi.

8.6 İyileştirme (seçenek A): 4.10 İyileştirme ve 4.7.2 Müşteriye Hizmet

| 8.7 Düzeltici Faaliyetler (Seçenek A) | 4.11 Düzeltici Faaliyetler |
|--|----------------------------|
| 8.7.1 | |
| 8.7.1 a | YENİ |
| 8.7.1 b | 4.11.1 ve 4.11.2 |
| 8.7.1 c | 4.11.3 |
| 8.7.1 d | 4.11.4 |
| 8.7.1 e | YENİ |
| 8.7.1 f | 4.11.3 |
| 8.7.2 | 4.11.3 |
| 8.7.3 | YENİ |
| 8.7.3 a | YENİ |
| 8.7.3 b | YENİ |

Düzeltilici Faaliyetler

Bazı maddeler eklendi:

- b) benzer uygunsuzlukların var olup olmadığını veya potansiyel olarak ortaya çıkabileceklerini belirlemek
- e) gerekirse, planlama sırasında belirlenen riskleri ve fırsatları güncelleme

İlave-takip iç tetkiki silinmiştir.

8.7 Düzeltilici Faaliyetler (Seçenek A): Madde 4.11 Düzeltilici Faaliyetler

CookBook N° 16 "Corrective action"

| 8.8 İç Tetkik (Seçenek A) | 4.14 İç Tetkik |
|---------------------------|----------------|
| 8.8.1 | 4.14.1 |
| 8.8.1 a | 4.14.1 |
| 8.8.1 b | YENİ |
| 8.8.2 | - |
| 8.8.2 a | 4.14.1 |
| 8.8.2 b | 4.14.1 |
| 8.8.2 c | 4.15.1 |
| 8.8.2 d | 4.14.2 |
| 8.8.2 e | 4.14.3 |

İç Tetkik

- Her bir denetim programında, denetlenecek faaliyetlerin, laboratuvardaki değişiklikler ile önceki denetim sonuçlarının uygunluğu dikkate alarak yapılmalıdır.
- Standart ve Yönetim Sistemi gerekliliklerine Uygun>>>Etkin bir şekilde uygulanmalı ve sürdürmelidir.

8.8 İç Tetkik (Seçenek A): Madde 4.14 İç Tetkik

| 8.9 Yönetimin Gözden Geçirmesi (Seçenek A) | 4.15 Yönetimin Gözden Geçirmesi |
|--|---------------------------------|
| 8.9.1 | 4.15.1 |
| 8.9.2 | 4.15.1 |
| 8.9.2 a | YENİ |
| 8.9.2 b | 4.4.2 |
| 8.9.2 c | 4.15.1 |
| 8.9.2 d | YENİ |
| 8.9.2 e | 4.15.1 |
| 8.9.2 f | 4.15.1 |
| 8.9.2 g | 4.15.1 |
| 8.9.2 h | 4.15.1 |
| 8.9.2 ı | 4.15.1 |
| 8.9.2 j | 4.15.1 |
| 8.9.2 k | 4.15.1 |
| 8.9.2 l | 4.15.1 |
| 8.9.2 m | YENİ |
| 8.9.2 n | 4.15.1 |
| 8.9.2 o | 4.15.1 |
| 8.9.3 | 4.15.2 |
| 8.9.3 a | YENİ |
| 8.9.3 b | YENİ |
| 8.9.3 c | YENİ |
| 8.9.3 d | YENİ |

YGG

Bazı girdiler değiştirildi:

- "müşteri geribildirimi" yerine "müşteri ve personel geri bildirimini"
- "Geliştirmeler için öneriler" yerine, "uygulanan iyileştirmelerin etkinliği"

Bazı girdiler eklendi:

- a) Laboratuvara ilişkin iç ve dış konulardaki değişiklikler;
- d) Bir önceki yönetim gözden geçirmelerindeki faaliyetlerin durumu;
- l) kaynakların yeterliliği;
- m) risk tanımlamasının sonuçları

Çıktılar detaylandırılmıştır:

- a) yönetim sisteminin etkinliği ve süreçleri;
- b) bu belgenin gereklerinin yerine getirilmesine ilişkin laboratuvar faaliyetlerinin iyileştirilmesi;
- c) gerekli kaynakların sağlanması;
- d) değişim ihtiyacı.

8.9 YGG(Seçenek A): Madde 4.15 YGG

Proses Yaklaşımı

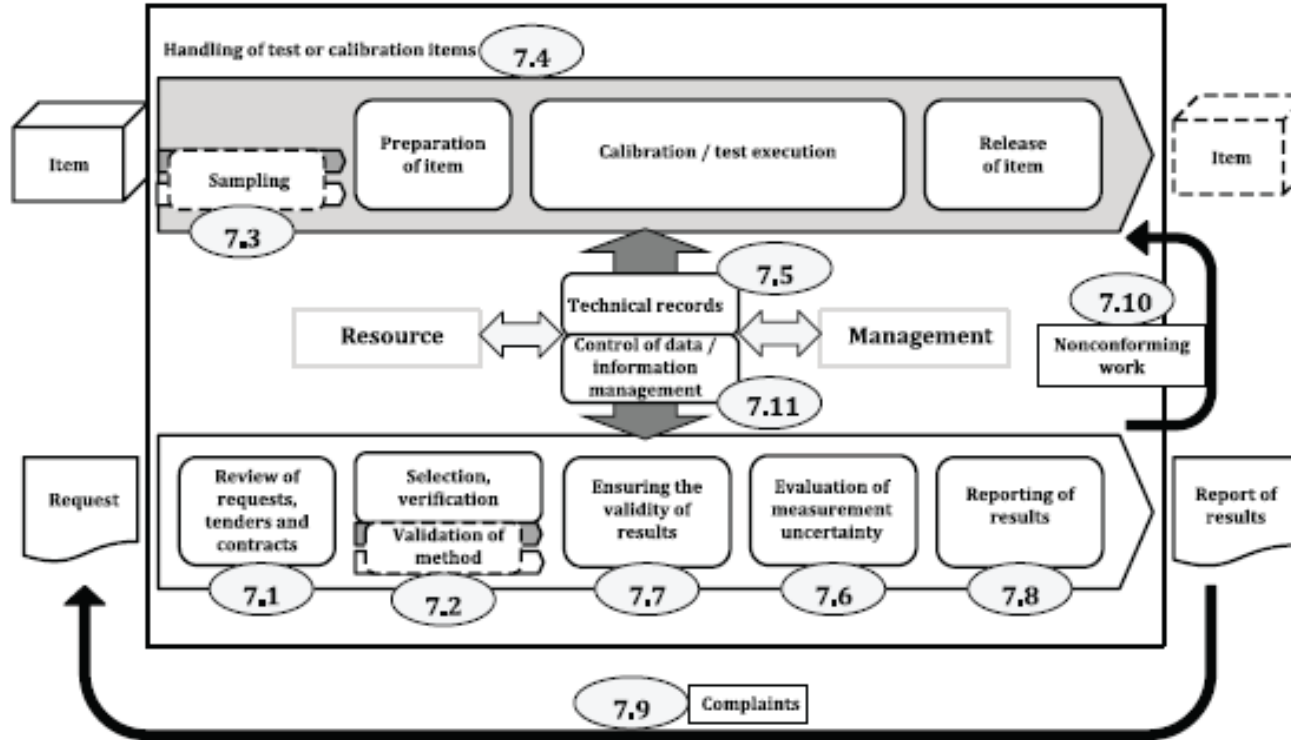


Figure B.1 — Possible schematic representation of the operational processes of a laboratory

Şekil 1; madde 7 de tanımlanan laboratuvarın operasyonel prosesinin şematik temsilini göstermektedir.

RİSK TEMELLİ DÜŞÜNME

| İÇSEL | | DIŞSAL | |
|-------------------------|--|---------------------|--|
| RİSK KAYNAĞI | RİSK | RİSK KAYNAĞI | RİSK |
| İNSAN KAYNAKLARI | Kalifiye eleman eksikliği Maaş beklentileri İletişim problemi İşten ayrılma, atama ,tayin vb. durumlar Koordinasyon sorunu | MÜŞTERİLER | Müşteri Beklentileri Müşteri sayısına bağlı aşırı talep artışı Yasal değişiklikler |
| SATIN ALMA | Yanlış sipariş Geç sipariş Yasal zorunluluklar (Kamu İhale Kanunu vb.) Kontrolsüz kabul | TEDARİKÇİLER | Fiyatlandırma Kalite Lojistik İletişim Teslim Süresi |

Kuruluşun hacminden bağımsız şekilde iç ve dış faktörler ve etkilere bağlı olarak hedeflerini gerçekleştirme olasılığı/olasılıksızlığı kısaca belirsizlik etkisi risk olarak ifade edilmektedir

| ISO/IEC 17025:2005 | ISO/IEC 17025:2017 |
|---|--|
| standart yönetim sistemi | Fırsat ve risk temelli yönetim sistemi |
| Reaktif/Tepkisel yaklaşım (düzeltici faaliyet yaklaşımı) | Proaktif yaklaşım (Önleyici faaliyetler – Risk temelli düşünme) |
| Hantal dokümantasyon | Dokümantasyonun daha esnek olması |
| Checklist şeklinde denetim (var/yok) | Denetim tekniklerinin kullanılması |



- Standartta geçen kelimeler/cümleler dünyanın dört bir yanından gelen yaklaşık **140-150 kişilik ekip** ile oluşturuldu.
- Standart, çeşitli endüstrilerdeki her türlü laboratuvar faaliyetlerini kapsayacak şekilde **geniş kapsamlı** yazıldı.
- Dolayısıyla, standardı okuyan **kişinin kişisel bilgi ve geçmişine göre farklı algılamalar** olabilir.
- Her sorunun cevabını standartta aramak mümkün değil!
- Genel resmi görmeye çalışmak: **Önemli!**

TÜRKAK Neler Yapıyor?

Etki analizi gerçekleştirilerek,

- Geçiş politikasının duyurulması,
- Geçiş süreci ile ilgili akredite kuruluşlara mail atılması,
- Eğitim planlarının oluşturulması,
- Eğitim dokümanlarının oluşturulması,
- Bilgilendirme toplantılarının yapılması,
- TÜRKAK dokümantasyonunda güncellenmesi gereken dokümanların çıkartılması,
- TÜRKAK politikalarının oluşturulması,
- TSE ile standardın Türkçesinin yayınlanması için işbirliğinin gerçekleştirilmesi vb. ana başlıklar belirlenmiştir.

Geçiş planının oluşturulması ve zaman çizelgesi karar verilmesi

- ISO/IEC 17025:2017 standardı 30.11.2017 tarihinde yayınlandı.
- Tanımlanmış bir zaman çerçevesinde laboratuvarların proseslerini yeni standarda uyumlu hale getirmeleri gerekmektedir. Uluslararası Standardizasyon Organizasyonu (ISO) ile istişarede bulunarak Uluslararası Laboratuvar Akreditasyon Birliği (ILAC) tarafından geçiş için standardın yayın tarihinden itibaren 3 yıllık bir sürenin verilmesine karar verilmiştir.
- Geçiş sürecinde ISO/IEC 17025:2005 ile ISO/IEC 17025:2017 eşit derecede geçerli ve uygulanabiliridir.

TÜRKAK'ın Geçiş Politikası

Türk Akreditasyon Kurumu olarak akreditasyon başvurusu yapacak veya yapmış olan kuruluşlar ile kurumumuz tarafından akredite edilmiş kuruluşların ISO/IEC 17025:2017'e geçişleri aşağıdaki şekilde sağlanacaktır:

- ISO/IEC 17025:2005 standardına göre yapılacak yeni başvurular **1 Ekim 2018** tarihine kadar kabul edilecek, bu tarihten sonra yapılacak başvurular ise ISO/IEC 17025:2017 standardına göre yapılacaktır.
- **1 Ekim 2018** tarihine kadar Kurumumuza ISO/IEC 17025:2005 standardına göre başvuru yapmış Kuruluşların denetimleri bu standarda göre yapılarak akreditasyonları gerçekleştirilecektir. Bu kuruluşlara yapılacak ilk gözetim ve/veya kapsam genişletme denetimleri ISO/IEC 17025:2017 standardına göre gerçekleştirilerek geçiş sağlanacaktır.
- Kurumumuz tarafından akredite edilmiş olan Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının **1 Ekim 2018** tarihine kadar hazırlıklarını tamamlamaları ve bu tarihten sonra yapılacak tüm gözetim, kapsam genişletme veya akreditasyon yenileme denetimleri ISO/IEC 17025:2017 standardına göre gerçekleştirilecek ve geçişleri sağlanacaktır.

Revizyon Eğitimleri

- Şubat ayında TÜRKAK personeline eğitim verildi
- Mart-Nisan aylarında baş denetçi, denetçi, ve teknik uzmanlara eğitimler verildi.
- Mayıs ayında teknik uzmanlar için bilgilendirme toplantısı gerçekleştirilmesi planlanmaktadır.
- Mayıs ayında akredite laboratuvarlar için bilgilendirme toplantısı yapılacaktır.
- Mayıs ayı itibariyle kamuya açık eğitimlere başlanılacaktır.

Dokümantasyon

- Yardımcı dokümanların oluşturulması: Genel değişiklik ve karşılaştırma tablosu, Risk temelli düşünce, Tarafsızlık ve gizlilik, YGG ve İç tetkik
- Denetim öncesinde/sırasında/sonrasında kullanılan dokümanların güncellenmesi: Denetim raporu, P704 vb.
- TÜRKAK Politika Dokümanlarının oluşturulması

ISO/IEC 17025:2017 Revizyonu Türkçe Çeviri Çalışmaları

- TÜRKAK Laboratuvar Akreditasyon Başkanlığı öncülüğünde çeşitli kurumlardan uzmanların katılımlarıyla 2 Mart 2018 tarihinde Kelime Çalıştayı gerçekleştirildi. Terimlerin farklı şekilde kullanımının önlenmesi ve ortak bir dil birliği oluşturulması amaçlanmıştır.
- TSE tarafından Türkçeye çevirisi yapılmış olan ISO/IEC 17025: 2017 standardının madde bazında Türkçe çeviri içeriğine ve kullanılan kelimelere önerilerde bulunulmuştur.

Teşekkürler



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

KALİTE POLİTİKASI

Ülkemizde uygunluk değerlendirmesi alanında ulusal akreditasyon kuruluşu olan TÜRKAK'ın Yönetim organlarının ve bütün çalışanlarının en öncelikli sorumluluğu ISO/IEC 17011 standardının şartlarına uygun bir yönetim sistemi altında, yüksek kaliteli hizmet sunmak ve sistemi sürekli iyileştirmektir. Akreditasyon hizmetinin, ulusal ihtiyaçların karşılanması ve Avrupa Birliği'nin ilgili düzenlemeleri ile uyumlu hale getirilmesi amacıyla TÜRKAK; uluslararası taraflar, kamu kesimi ve ilgili piyasa aktörleri ile işbirliğini vazgeçilmez bir ilke olarak benimsemiştir. TÜRKAK, çalışanlarının yeteneklerini geliştiren, uygun çalışma şartlarını sağlayan, mevcut kaynakları verimli kullanarak tarafsız ve bağımsız şekilde hizmet sunan saygın bir kuruluş olarak faaliyetlerine devam edecektir.

QUALITY POLICY

In our country, in the area of conformity assessment, TÜRKAK is the only national accreditation agency. The highest priority of TÜRKAK's management bodies and all personnel is to provide high quality service and improve system in comply with ISO/IEC 17011. For the purpose of providing accreditation services to satisfy the national needs and harmonizing European Union regulations, TÜRKAK considers cooperation with international stakeholders, government parties and related market actors as an indispensable principle. TÜRKAK will continue to be an impartial, independent and respected service provider, ensuring employees' professional development, suitable working conditions, and resource accessibility.




TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

Ezgi TOK ÜNLÜ
25.04.2018

**4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği
Sempozyumu ve Sergisi**

**TS EN ISO/IEC 17025:2017 KAPSAMINDA LABORATUVARDA
RİSK TEMELLİ DÜŞÜNCE YAKLAŞIMI**

www.turkak.org.tr



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

Kuralcı gereklilikler (ISO/IEC 17025:2005)

Performans temelli gereklilikler (ISO/IEC 17025:2017)

**DAHA AZ TALİMAT
DAHA FAZLA DEĞERLENDİRME**

PROAKTİF YAKLAŞIM !

2

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK




- Risk ve fırsatların değerlendirilmesi aslında laboratuvarlar için yeni bir yaklaşım olmamakla birlikte ISO/IEC 17025 standardının yeni versiyonunda risk temelli düşünme yaklaşımı özellikle teşvik edilmektedir.
- Standardın güncel versiyonunda “Reaktif/Tepkisel Yaklaşım ” yerine “Risk Temelli Düşünce/Proaktif Yaklaşım” benimsenmektedir.»

3

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK




- ISO Rehber 73/ TS ISO 31 000 Standardına göre ise Risk «Hedefler üzerindeki belirsizlik etkisi» olarak tanımlanmaktadır.

4

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK



Risk kavramı yaygın olarak kötü bir çağrışım uyandırmaktadır.

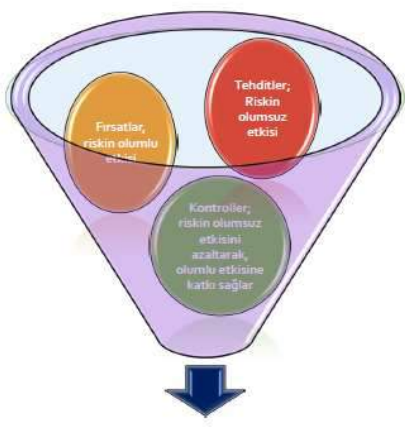
Risk Yönetim Enstitüsü (IRM) riski «*Bir olayın sonuçlarının ve olayın oluşmasına ilişkin olasılığın bir kombinasyonu*» olarak ifade etmektedir. Bazı dokümanlarında ise risk «*kötü sonuçlar elde etme ihtimali, şansızlığa uğrama*» olarak geçmektedir.

5

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

Risk-Tehdit- Fırsat- Kontrol İlişkisi




- ISO/IEC 17025:2017 Deney ve kalibrasyon laboratuvarlarının yeterliliği için genel gereklilikler Standardında ise **Risk** ve **Fırsat** terimlerine birlikte yer verilmektedir.
- Belirsizliklerin amaçlara ulaşılabilmesi hususundaki etkisi olumlu (fırsat) veya olumsuz (tehdit) olabilir. Her riskin içinde fırsatlar her fırsatın içinde riskler mevcuttur.

Hedefler, çıktılar, sapmalar

6

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

ISO/IEC 17025:2017'ye Göre Riskleri Yönetmek Neden Gereklidir?



- Laboratuvar faaliyetlerinin kapsamını geliştirebilir,
- Yeni müşterilere hitap edebilir,
- Yeni teknolojinin kullanımına ve müşteri ihtiyaçlarına hitap eden diğer olanakların oluşmasına neden olabilir.
- Yönetim Sisteminin istenen sonuçlara ulaşmasını güvence altına alır,
- Laboratuvarın amaç ve hedeflerine ulaşması için fırsatları artırır,
- Laboratuvar faaliyetlerinde istenmeyen etkileri önler veya azaltır,
- İyileştirmeyi hayata geçirir,

ISO/IEC 17025:2017 Madde 8.5.3 NOT 2

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

RİSK YÖNETİMİ



- Risk yönetimi; Riske ilişkin olarak bir kuruluşun (laboratuvarın) yönlendirilmesi ve kontrolü için koordineli faaliyetlerdir.

Risk Yönetimi Çerçevesi; ise Kuruluş çapında risk yönetimini tasarılama, gerçekleştirme, izleme, gözden geçirme ve sürekli olarak iyileştirme ile ilgili temel yapılar ve kuruluşa ilişkin düzenlemeleri sağlayan bileşenler kümesidir.



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

«Günümüzde risklerini yönetmeyen organizasyonlar, krizlerini yönetmek zorunda kalacaktır.»

«Laboratuvar risklerini yönetebildiğinden emin olursa tehditlerini minimize ederken potansiyellerini maksimuma çıkarabilir.»

9

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

RİSK YÖNETİMİNDE BAZI TEMEL KAVRAMLAR

- **Risk Kaynağı**; Tek başına veya birleşik olarak doğasında riske sebep olma ihtimali olan eleman.

→ • Risk İyileştirme

ISO/IEC 17025:2017 Madde 8.5.3 NOT 1

10

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

- Risk Evreni
- Risk Kapasitesi
- Risk Toleransı
- Risk İştahı

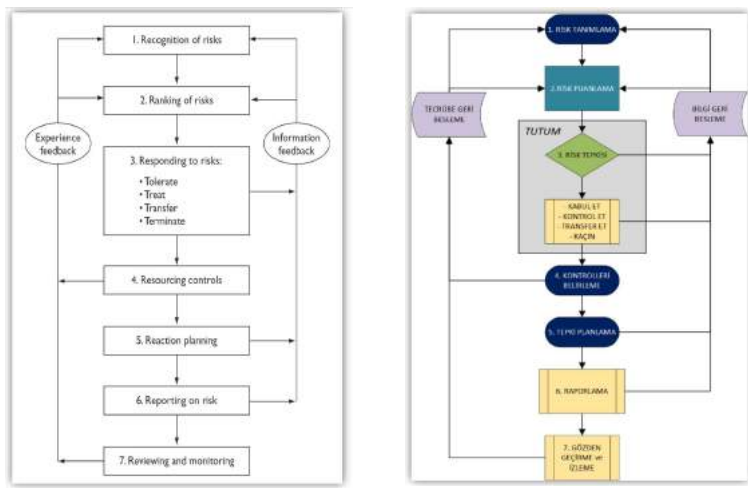


11

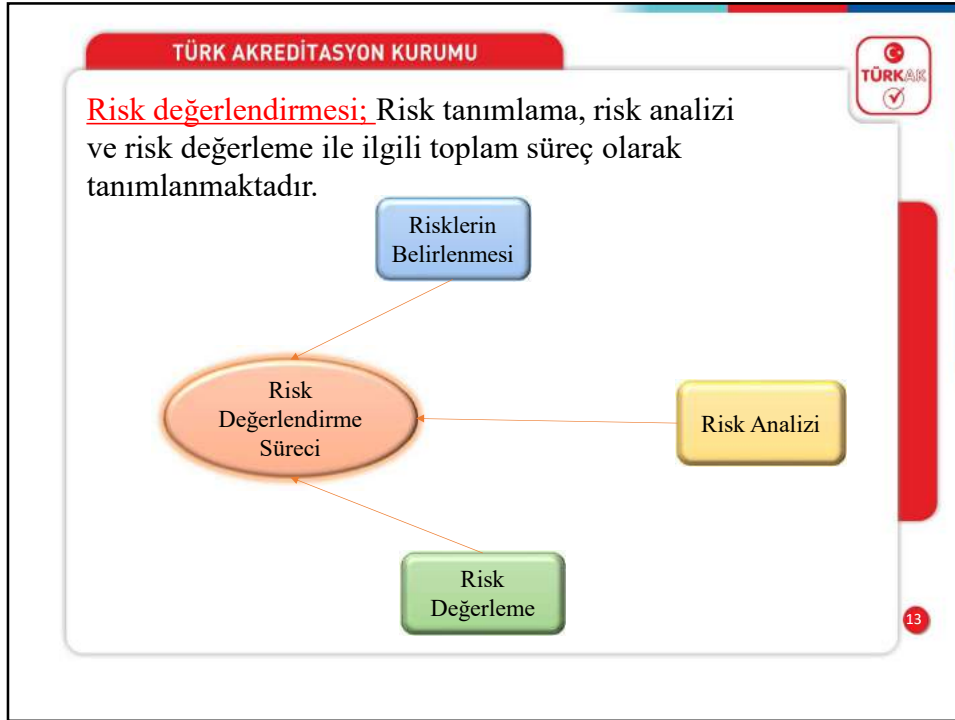
TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

RİSK YÖNETİMİNDE 7R ve 4T KURALI



12



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

Risklerin Belirlenmesi


- Risk yönetim sürecinin ilk ve belki de en önemli adımudur.
- Bu adım;
 - ✓ Karşılaşılabilecek,
 - ✓ Önlenebilecek,
 - ✓ Hızlandırılabilir veya
 - ✓ Hedeflerin başarılmasını geciktirebilecek
- Tüm tehdit ve fırsatların geniş kapsamlı olarak belirlenmesini içerir.
- Riski tanımlarken mümkün olduğunca hedeflerle ilişkili olacak şekilde ifade edilmesi özellikle önemlidir.
- Faaliyete özgü sorunlar göz önünde bulundurulmalıdır.
- Riskleri ortaya çıkaran olaylar ve bunların etkileri, neden-sonuç ilişkisi içerisinde ortaya konulmalıdır.

Amaca ulaşmayı engelleyecek hususlar nelerdir?

- İyi bir risk ifadesinin anahtarları risk bileşenleri ve onlar arasındaki ilişki temellerini anlamakta gizlidir.

TÜRKAK
14

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



Risklerin belirlenmesinde;

Bazı riskler birden fazla amaç veya hedef ile ilişkili olabilir.


Söz konusu risklerin her bir amaç veya hedefe yönelik olarak ayrı ayrı değerlendirilmeye tabi tutulması gerekecektir.

Aynı riskin farklı bir amaç veya hedeflere ulaşmasını etkileme düzeyleri farklı olabilmektedir.

Örneğin; Laboratuvarın dışardan sağlayacağı bir kalibrasyon hizmetinde uygun tedarikçi ile zamanında iletişim kurmamış olması ISO/IEC 17025:2017 6.6 *Dışarıdan tedarik edilen ürün ve hizmetler* maddesi gereği düşük bir riskken; 6.4. *Donanım* ve 6.5. *Metrolojik İzlenebilirlik* maddeleri gereği daha yüksek düzeyde öneme sahiptir.



15

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



Risklerin Belirleme Sürecinde Hangi Bilgileri Toplamalıyız?


- Risklerin veya tehditlerin kaynakları nelerdir ?
- Neler gerçekleşebilir ?
- Nerede gerçekleşebilir ?
- Ne zaman gerçekleşebilir ?
- Sebepler ?
- Laboratuvara özgü Sonuçlar ? Risk açığa çıkarsa hedefe etkisi ne olacaktır?
- Laboratuvara özgü alanlar ? Laboratuvarın hangi bölümleri bundan etkilenecektir?
- Mevcut Kontroller

16

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

Çeşitli Risk Belirleme Yöntemleri



- ✓ Beyin fırtınası
- ✓ Odak Grup Toplantıları
- ✓ Olay Envanterleri
- ✓ SWOT Analizi
- ✓ Senaryo Analizi
- ✓ Kontrol Listeleri
- ✓ Anket ve Değerlendirme Formları
- ✓ Olursa ne olur (SWIFT) Tekniği
 - ✓ Kök-neden Analizi
 - ✓ Hata Ağacı Analizi
 - ✓ Olay Ağacı Analizi
 - ✓ Maliyet/Fayda Analizi
 - ✓ Sonuç Olasılık Matrisi

17


TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

Risk Analizi

- Risklerin belirlenme süreci neticesinde kuruluş (laboratuvar) bünyesinde riskler tanımlanır.
- Hem zaman hem de kaynak kısıtı sebebiyle bu risklerin hepsine aynı alaka ve önemin gösterilmesi mümkün olmayabilir.
- Azami tehlike yaratan tehditler ile azami fayda sunan fırsatların tespit edilebilmesi ve bunlara daha fazla özen ve dikkat gösterilebilmesi için riskler önceliklendirmeye, analiz edilmeye tabi tutulur.
- Risk analizi yapılırken her bir riskin olasılığı ve etkisi dikkate alınır.

18

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



- Yaygın olarak kullanılan Risk Analiz modeli ihtimal ve etki düzeylerini 5'li bir sınıflandırma sistemine tabi tutar.

| RISK ANALİZ MODELİ | | ETKİ (TEHLİKE) | | | | |
|--------------------|----------------|----------------|-----------|----------|------------|----------------|
| | | Çok Düşük (1) | Düşük (2) | Orta (3) | Yüksek (4) | Çok Yüksek (5) |
| OLASILIK | Çok Düşük (1) | 1 | 3 | 6 | 10 | 15 |
| | Düşük (2) | 2 | 5 | 9 | 14 | 20 |
| | Orta (3) | 4 | 8 | 13 | 18 | 25 |
| | Yüksek (4) | 7 | 12 | 17 | 24 | 30 |
| | Çok Yüksek (5) | 11 | 16 | 21 | 28 | 35 |


ISO/IEC 17025:2017 standardında laboratuvarların kullanacağı risk analizi metoduna herhangi bir atıfta bulunulmamaktadır.

ISO/IEC 17025:2017 Madde 8.5.2 NOT

Aksine, asgari bir şart laboratuvarında risk yaklaşımından faydalanılması ve koşulların daha etkin kullanılması motivasyonu için bir kısıt olarak değerlendirilmektedir.


19

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



Risk Değerleme

- Riskin ve/veya onun büyüklüğünün kabul edilebilir veya tahammül edilebilir olup olmadığını belirlemek için risk analizi sonuçlarının risk kriterleri ile kıyaslanması sürecidir.



- Risk değerlemesi risk iyileştirme hakkında karara yardımcı olur.

20

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

ISO/IEC 17025:2017 RİSK İFADELERİ

21

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK


ÖNLEYİCİ FAALİYET 🙅

RİSK TEMELLİ DÜŞÜNCE 🙌

- ✓ ÖNSÖZ
- ✓ GİRİŞ
- ✓ 4.1 TARAFSIZLIK
- ✓ 7.8.6 UYGUNLUK BEYANININ RAPORLANMASI
- ✓ 7.10 UYGUN OLMAYAN DENEY
- ✓ 8.1.2 YÖNETİM SİSTEMİ GEREKLİLİKLERİ
- ✓ 8.5 RİSK VE FIRSATLARA YÖNELİK FAALİYETLER
- ✓ 8.6 İYİLEŞTİRME
- ✓ 8.7 DÜZELTİCİ FAALİYETLER
- ✓ 8.9 YÖNETİMİN GÖZDEN GEÇİRMELERİ

22

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




Standart içerisinde bazı kelimeler, gereksinimlerin uygulanmasına yardımcı olmak için ilgili risklerin değerlendirilmesini teşvik edebilir.

Örneğin;

- ✓ yeterli (madde 7.2.1.2, madde 7.5.1),
- ✓ uygun (madde 6.3.1, 8.3.2),
- ✓ önlemek-engellemek (madde 5.6.c, 6.3.4, 6.4.3, 6.4.9, 6.4.12, 7.7.3, 8.3.2, 8.5.1.c),
- ✓ sağlamak (madde 5.5.c),
- ✓ kritik (madde 7.6.3, 7.8.2.1)

23

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



ÖNSÖZ

ISO/IEC 17025:2017 standardında yer verilen risk temelli düşünce, *«kuralcı gerekliliklerin bir miktar azalmasını ve bu gerekliliklerin yerine performans temelli gerekliliklerin gelmesini sağlamıştır.»*

24

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

GİRİŞ

ISO/IEC 17025:2017 standardı, «laboratuvarın riskleri ve fırsatları ele almak için faaliyetler planlamasını ve uygulamasını gerektirir. Hem riskleri hem de fırsatları ele almak, yönetim sisteminin etkililiğini arttırmak, daha iyi sonuçlar elde etmek ve olumsuz etkileri önlemek için bir temel oluşturur. Laboratuvar hangi risk ve fırsatların ele alınması gerektiğine karar vermekten sorumludur.»

25

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK


4.1 TARAFSIZLIK

«Laboratuvar tarafsızlığı etkileyecek riskleri sürekli olarak tanımlamalıdır. Bu tanımlamalar, laboratuvarın faaliyetlerinden, veya ilişkilerinden ya da personelinin ilişkilerinden kaynaklanacak riskleri de kapsamalıdır. Bununla birlikte, bu tarz ilişkilerin varlığı laboratuvar için mutlaka tarafsızlığa karşı bir risk bulunduğu anlamına gelmez.

Tarafsızlığa karşı bir risk tanımlanırsa, laboratuvar bu riski nasıl gidereceğini veya en aza indireceğini gösterebilmelidir.»

26

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




7.8.6 UYGUNLUK BEYANLARININ RAPORLANMASI

«Şartname ya da standarda göre uygunluk beyanı sunulduğunda, laboratuvar uygulanan karar kuralını, ilgili kuralın risk seviyesini (yanlış kabul ve yanlış ret ve istatistiksel varsayımlar gibi) dikkate alarak dokümanla etmeli ve karar kuralını uygulamalıdır.»

NOT Karar kuralı; müşteri, yasal düzenlemeler veya bağlayıcı dokümanlar tarafından öngörülmesi halinde bir üst düzeyde risk seviyesine gerek yoktur.

27

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




7.10 UYGUN OLMAYAN İŞ

Uygun olmayan iş prosedürü;

«faaliyetlerin (gerektiğinde işin durdurulması veya tekrarlanması ve raporların bekletilmesi faaliyetleri dâhil) laboratuvar tarafından oluşturulmuş risk seviyelerine dayandırılmasını» güvence altına almalıdır.

28

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




**8.5 RİSK VE FIRSATLARIN ELE ALINMASINA
YÖNELİK FAALİYETLER**

«8.5.1 Laboratuvar, faaliyetleriyle ilişkili risk ve fırsatları aşağıdaki amaçlar doğrultusunda değerlendirmelidir:

- a) yönetim sisteminin istenen sonuçlara ulaştığının güvencesini vermek;
- b) laboratuvarın amaç ve hedeflerine ulaşması için fırsatları arttırmak;
- c) laboratuvar faaliyetlerinde istenmeyen etkiler ve olası arızaları önlemek veya azaltmak;
- d) iyileştirme sağlamak.

29

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



8.5.2 Laboratuvar aşağıdakileri planlamalıdır:

- a) risk ve fırsatların ele alınmasına yönelik faaliyetleri;
- b) bu faaliyetlerin;
yönetim sistemine nasıl entegre edileceğini ve uygulanacağını;
etkililiğinin nasıl değerlendireceğini.»


«8.5.3 Risk ve fırsatları ele almak için yapılan faaliyetler laboratuvar sonuçlarının geçerliliği üzerindeki olası etkiyle orantılı olmalıdır.»

30

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

8.6 İYİLEŞTİRME (SEÇENEK A)

«NOT İyileştirme olanakları, işletme prosedürlerinin gözden geçirilmesi, politikaların kullanımı, genel hedefler, denetim sonuçları, düzeltici faaliyetler, yönetimin gözden geçirmesi, personel önerileri, risk değerlendirmesi, veri analizi ve yeterlilik deneyi sonuçlarıyla belirlenebilir.»




31

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

8.7 DÜZELTİCİ FAALİYETLER

«Bir uygun olmama durumu oluştuğunda laboratuvar gerekliyse, planlama sırasında belirlenen risk ve fırsatları güncellemelidir.»




32

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

8.9 YÖNETİMİN GÖZDEN GEÇİRMELERİ

Yönetimin gözden geçirmesinde kaydedilen girdiler «risk tanımlamasının sonuçlarını» içermelidir.



33

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

ÖRNEK


- Deneyi gerçekleştirecek personelin müşteri ile tanışıklığı/Finansal baskı
- Aynı müşteri için tekrarlayan deney hizmetleri sunan deney personeli
- Laboratuvarın birden fazla şubesinin olması

Laboratuvarın Tarafsızlığına Yönelik Riskler

- Laboratuvar kimyasallarının geç temin edilmesi
- Deney sonuçlarına etki eden hesaplama hatası

34

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU






SIKLIK

A- Sıklıkla; Yılda 3 ve daha fazla kez
 B- Ara sıra; Yılda 1-2 kez
 C- Nadiren; Bir yıldan çok sıklıkla

ETKİ


I-Kritik; Test sonuçlarını etkileyebilir.
 II-Önemli; Laboratuvar yönetiminin müdahalesini gerektirmektedir.
 III- Önemsiz; Tarafsızlık için risk teşkil etmemektedir.

| | | | |
|---|--------|--------|-----|
| A | Yellow | Red | Red |
| B | Green | Yellow | Red |
| C | Green | Green | Red |
| | III | II | I |

 Kabul edilemez risk
 Ciddi risk
 Kabul edilebilir risk

35

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



| | |
|--|--|
| Potansiyel Risk | Deneyi gerçekleştiren personelin müşteri ile tanışıklığı/ Müşteri tarafından finansal baskı |
| Risk Kaynağı | Deney personeli (varsa taşeronlar dahil), Laboratuvar Yönetimi |
| Riskin meydana gelme olasılığı | C- Nadiren |
| Riskin Etkisi | I- Kritik |
| Riskin değerlendirilmesi | Kabul edilemez risk |
| Riskin oluşma ihtimaline karşı alınacak önlemler | Laboratuvar personelleri, çıkar çatışması bildirisi imzalar ve son 3 yıldaki iş birliklerini belirlerler. (Buradaki 3 yıl laboratuvar tarafından farklı olarak da tanımlanabilir.) Çıkar çatışması politikasının yıllık olarak onaylanması Test personeli maaşı test sonucundan bağımsız olarak belirlenir. Laboratuvarın etik politikası, personeli baskıya maruz bırakmayacak şekilde belirlenir. Finansal ortaklar, müşteri ve laboratuvar faaliyetlerinden sözleşme yoluyla ayrı tutulur Laboratuvar personelinin dış baskıya maruz kalılabilecek durumlarda üst yönetime bildirilmesine olanak sağlanması ... |
| Riskin İzlenmesi | Çıkar çatışması bildirisinin güncellenmesi ve sonuçların gözden geçirilmesi Finansal teklifler ve uygunsuz hediyeler ile ilgili personel geri bildirimlerinin gözden geçirilmesi ... |

36

| TÜRK AKREDİTASYON KURUMU | |
|--|---|
| Potansiyel Risk | Aynı müşteri için tekrarlayan deney hizmetleri sunan deney personeli |
| Risk Kaynağı | Deney personeli (varsa taşeronlar dahil) |
| Riskin meydana gelme olasılığı | B-Ara sıra |
| Riskin Etkisi | II- Önemli |
| Riskin değerlendirilmesi | Ciddi risk |
| Riskin oluşma ihtimaline karşı alınacak önlemler | Zaman programı ile personel tahsisi, aynı müşteri için farklı test personelinin müteakip test projelerine tahsis edilmesi. Laboratuvar personelleri, çıkar çatışması bildirisini imzalar ve son 3 yıldaki iş birliklerini belirlerler. (Buradaki 3 yıl laboratuvar tarafından farklı olarak da tanımlanabilir.) Çıkar çatışması politikasının yıllık olarak onaylanması Çıkar çatışması durumlarının önemini vurgulamak için tüm personelin düzenli eğitimi ... |
| Riskin İzlenmesi | Çıkar çatışması bildirisinin güncellenmesi ve sonuçların gözden geçirilmesi Laboratuvar yönetimi veya idari bölümlerle müşterilere test personel tahsisinin gözden geçirilmesi ... |

37

| TÜRK AKREDİTASYON KURUMU | |
|--|---|
| Potansiyel Risk | Laboratuvarın birden fazla şubesinin olması |
| Risk Kaynağı | Deney personeli, laboratuvar yönetimi, yönetim ve destek personel dahil olmak üzere tüm personel. |
| Riskin meydana gelme olasılığı | C- Nadiren |
| Riskin Etkisi | II-Önemli |
| Riskin değerlendirilmesi | Kabul edilebilir risk |
| Riskin oluşma ihtimaline karşı alınacak önlemler | Deney sürecine dahil olan tüm personel, tarafsızlığı, çıkar çatışması bildirimini ve gizlilik şartlarını anlamalı ve uygulamalıdır. Test personeli genellikle bir şubeye tahsis edilir. Bazı personelin birden fazla şube ile ilgili rolleri varsa, bu tür personel belirli bir müşteri için birden fazla şubede test faaliyetleri gerçekleştirmeyecektir. Veriler, şubeler arasında paylaşılmamalıdır. Tüm deney verileri testi gerçekleştiren şube tarafından saklanır. Tüm veri tabanı şifre ile korumalıdır. ... |
| Riskin İzlenmesi | Çalışanların ikili rolleri tanımlamak için organizasyon şemalarının periyodik olarak gözden geçirilmesi Birden fazla şubede test yapıldığında belirli müşteriler için kaynak atamalarının gözden geçirilmesi ... |

38

| TÜRK AKREDİTASYON KURUMU | |
|--|--|
| Potansiyel Risk | Laboratuvar Kimyasallarının Geç Temin Edilmesi |
| Risk Kaynağı | Deney Personeli, İdari Personel, Tedarikçi |
| Riskin meydana gelme olasılığı | C- Nadiren |
| Riskin Etkisi | II-Önemli |
| Riskin değerlendirilmesi | Kabul edilebilir risk |
| Riskin oluşma ihtimaline karşı alınacak önlemler | Kritik stok seviyesinin artırılması Onaylı Tedarikçi Listesinin Kontrolü Tedarikçi sayısının artırılması Kimyasal talepleri ve termin süresine yönelik olarak Kalite Yönetim Sisteminde hızlı reaksiyon almaya olanak sağlayacak prosedürlerin oluşturulması ... |
| Riskin İzlenmesi | Laboratuvar kimyasallarının stok seviyesinin düzenli aralıklarla takip edilmesi ... |

39

| TÜRK AKREDİTASYON KURUMU | |
|--|--|
| Potansiyel Risk | Deney sonuçlarına etki eden hesaplama ve veri aktarımı hatası/bilgisayar sistemlerinde oluşabilecek sorunlar |
| Risk Kaynağı | Deney Personeli, Raporlama Personeli, Yazılım |
| Riskin meydana gelme olasılığı | C- Nadiren |
| Riskin Etkisi | I-Kritik |
| Riskin değerlendirilmesi | Kabul edilemez risk |
| Riskin oluşma ihtimaline karşı alınacak önlemler | Deney verilerinin aktarılmasının ikinci bir kişi tarafından kontrol edilmesi Geriye dönük düzeltme yapılabilmesi adına verilerin kopyalanması Verilerin/kayıtların farklı bir cihaza ve/veya taşınabilir belleğe kopyalanması Hesaplama aşamasında yazılım kullanılıyor ise düzenli aralıklarla yazılımın doğrulamasının gerçekleştirilmesi Elle hesaplama yapılması durumunda farklı bir personel tarafından rastgele bir veri çekilerek doğrulamasının gerçekleştirilmesi ... |
| Riskin İzlenmesi | Deney sonuçlarının hesaplanmasına yönelik olarak kullanılan yazılımların doğrulama periyotlarının gözden geçirilmesi Verilen/kayıtların yedeklenmesinin periyodik kontrolü ... |

40

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

ÖRNEK- FMEA (Hata Türleri ve Etkileri Analizi)

FMEA Risk Öncelik Sayısı= Olasılık x Etki x Keşfedilebilirlik
1-10 arasında skala

- FMEA (Hata Türleri ve Etkileri Analizi) yoluyla riskler önceliklendirilir.
- Bu önceliklendirmeye dayanarak laboratuvar, hangi risklere yönelik öncelikli tedbir alması gerektiğini belirleyebilir.

Risk değerlendirme teknikleri ile onların güçlü yanları ve kısıtları ile metotların birbirleri ile karşılaştırılmasına yönelik olarak TS EN 31010 standardı kılavuzluk sağlamaktadır.

41

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

| Potansiyel Risk | Riskin Potansiyel Etkisi | Olasılık | Tespit edilebilirliği | Risk Öncelik Sayısı |
|--|--------------------------|----------|-----------------------|---------------------|
| Deney gerçekleştiren personelin müşteri ile tanışıklığı/ Müşteri tarafından finansal baskı | 8 | 3 | 4 | 72 |
| Aynı müşteri için tekrarlayan deney hizmetleri sunan deney personeli | 6 | 4 | 2 | 48 |
| Laboratuvarın diğer şubeleri ile ilgili riskler | 6 | 2 | 2 | 24 |
| Laboratuvar Kimyasallarının Geç Temin Edilmesi | 6 | 2 | 4 | 48 |
| Deney sonuçlarına etki eden / hesaplama ve veri aktarımı hatası/bilgisayar sistemlerinde oluşabilecek sorunlar | 8 | 2 | 4 | 64 |

42

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

Laboratuvarlarda Risk Değerlendirmesi ne zaman yinelenir ?

- Gerek duyulduğu zamanlarda (örneğin müşteri veya ISO/IEC 17025:2017 gereksinimlerinde) veya yönetim sistemi hedeflerini başarmaya yardımcı olacaksa.
- Bu düzenli aralıklarla olabilir.
- Laboratuvar prosedürlerinde değişiklik olduğunda veya olağandışı durumlarda nadiren gerçekleştirilebilir.
- ISO/IEC 17025:2017 standardı Laboratuvarın tarafsızlığı etkileyecek riskleri sürekli olarak tanımlamasını gerektirmektedir.

43

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

*Dinlediğiniz için
teşekkür ederim...*

TÜRKAK Dokümanlardaki Değişiklikler ve Yenilikler

44



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

KALİTE POLİTİKASI

Ülkemizde uygunluk değerlendirme alanında ulusal akreditasyon kurulu olan TÜRKAK'ın Yönetim organlarının ve bütün çalışanlarının en öncelikli sorumluluğu ISO/IEC 17011 standardının şartlarına uygun bir yönetim sistemi altında, yüksek kaliteli hizmet sunmak ve sistemi sürekli iyileştirmektir. Akreditasyon hizmetinin, ulusal ihtiyaçların karşılanması ve Avrupa Birliği'nin ilgili düzenlemeleri ile uyumlu hale getirilmesi amacıyla TÜRKAK, uluslararası taraflar, kamu kesimi ve ilgili piyasa aktörleri ile işbirliğini vazgeçilmez bir ilke olarak benimsemiştir. TÜRKAK, çalışanlarının yeteneklerini geliştiren, uygun çalışma şartlarını sağlayan, mevcut kaynakları verimli kullanarak tarafsız ve bağımsız şekilde hizmet sunan saygın bir kuruluş olarak faaliyetlerine devam edecektir.

QUALITY POLICY

In our country, in the area of conformity assessment, TÜRKAK is the only national accreditation agency. The highest priority of TÜRKAK's management bodies and all personnel is to provide high quality service and improve system in comply with ISO/IEC 17011. For the purpose of providing accreditation services to satisfy the national needs and harmonizing European Union regulations, TÜRKAK considers cooperation with international stakeholders, government parties and related market actors as an indispensable principle. TÜRKAK will continue to be an impartial, independent and respected service provider, ensuring employees' professional development, suitable working conditions, and resource accessibility.

Mustafa Kemal Mahallesi 2125. Sokak No: 1 Çankaya/ANKARA
Tel: +90 312 410 82 00 Faks: +90 312 410 83 00
www.turkak.org.tr



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

Tuğçe AKKAYA
Akreditasyon Uzman Yardımcısı

**TS EN ISO/IEC 17043 ve ISO 17034 Kapsamında
TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler
TÜRKAK Yeterlilik Testi Bilgi Sistemi (YETBİS)**

25 Nisan 2018
İSTANBUL
www.turkak.org.tr



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

SUNUM İÇERİĞİ

- **TS EN ISO/IEC 17043 ve ISO 17034 Kapsamında
TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler**
- **TÜRKAK Yeterlilik Testi Bilgi Sistemi (YETBİS)**

TS EN ISO/IEC 17043 ve ISO 17034 Kapsamında
TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler / YETBİS

2

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TS EN ISO/ IEC 17025

| TS EN ISO/ IEC 17025:2005 | TS EN ISO/ IEC 17025:2017 |
|--|--|
| <p>5.9 Deney ve kalibrasyon sonuçlarının kalitesinin güvencesi</p> <p>Laboratuvarın, üstlenilen deneylerin ve kalibrasyonların geçerliliğinin izlenmesi için kalite kontrol prosedürleri olmalıdır. Bu izleme, planlanmalı ve gözden geçirilmelidir; bunlarla sınırlı olmamakla birlikte izleme, aşağıda belirtilenleri içerebilir:</p> <p>a) Düzenli olarak sertifikalı referans malzemelerin kullanılması ve/veya ikincil referans malzemeleri kullanılarak iç kalite kontrolün yapılması,</p> <p>b) Laboratuvarlar arası karşılaştırma veya yeterlik deney programlarına iştirak edilmesi</p> | <p>7.7 Sonuçların Geçerliliğinin Güvencesi</p> <p>Laboratuvar, sonuçların geçerliliğini izlemek için bir prosedüre sahip olmalıdır. Bu izleme planlanmalı ve gözden geçirilmeli, uygun olduğu durumda aşağıdakileri (bunlarla sınırlı kalmamak üzere) içermelidir:</p> <p>a) Referans malzemelerin veya kalite kontrol malzemelerinin kullanımını,</p> <p>b) Yeterlilik deneyi dışında laboratuvarlar arası karşılaştırmalara katılımı.</p> <p>NOT: ISO/IEC 17043 yeterlilik deneyleri ve yeterlilik deneyi sağlayıcılarıyla ilgili ek bilgiler içermektedir. ISO/IEC 17043'ün gerekliliklerini karşılayan yeterlilik deneyi sağlayıcılarının yetkin olduğu değerlendirilir.</p> |

TÜRKAK
TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

3

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TS EN ISO 15189

5.6 Analiz sonuçları kalitesinin güvence altına alınması

Laboratuvar, analize ve analiz sonuçlarının yorumlanmasına uygun laboratuvarlar arası karşılaştırma programına/programlarına (dış kalite değerlendirme programı veya yeterlilik deney programları gibi) katılmalıdır.

Laboratuvar, laboratuvarlar arası karşılaştırma programı/programlarının sonuçlarını izlemeli ve önceden belirlenmiş performans kriterleri karşılanmadığında düzeltici faaliyet uygulamalarına iştirak etmelidir.

Not - Laboratuvar, ISO/IEC 17043'ün ilgili şartlarını esas olarak yerine getiren laboratuvarlar arası karşılaştırma programlarına katılmalıdır.

TÜRKAK
TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler


4

| TÜRK AKREDİTASYON KURUMU | | |
|--|------------|--|
| Akredite Yeterlilik Deneyi Sağlayıcıları | | |
| # | Dosya | Kuruluş |
| 1 | AB-0001-YT | TSE DENEY VE KALİBRASYON MERKEZİ BAŞKANLIĞI |
| 2 | AB-0002-YT | ODTÜ PETROL ARAŞTIRMA MERKEZİ (PAL) |
| 3 | AB-0003-YT | PASARGAD QUALITY PIONEERS (P Q P) |
| 4 | AB-0005-YT | İZAYDAŞ İZMİT ATIK VE ARTIKLARI ARITMA YAKMA VE DEĞERLENDİRME A.Ş. |
| 5 | AB-0008-YT | TAHA GİYİM SAN. VE TİC. A.Ş. Taha Giyim İç Kalite Kontrol Laboratuvarı |
| 6 | AB-0009-YT | LQS- LABORATORY QUALITY SERVICES |
| 7 | AB-0010-YT | KLİNİK BİYOKİMYA UZMANLARI DERNEĞİ DIŞ KALİTE KONTROL PROGRAMI (KBUDEK) |
| 8 | AB-0011-YT | Türkiye Çimento Müstahsilleri Birliği (TÇMB) Derneği Eğitim Çevre Kalite ve Araştırma (EÇKA) İktisadi İşletmesi Ar-Ge Direktörlüğü |

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

| TÜRK AKREDİTASYON KURUMU | |
|---|---|
| Akredite YT Sağlayıcılarının Kapsamları | |
| 1. | Yapı malzemeleri-doğal taş |
| 2. | Benzin, motorin, madeni yağ , fuel oil, biyodizel, LPG, havacılık yakıtları, baz yağı, |
| 3. | Su, atık su, deniz suyu |
| 4. | Atık yağlar, kömür, kok |
| 5. | Tekstil, aksesuar, ayakkabı, lastik veya plastik kaplı kumaşlar, deri, fermuar numuneleri |
| 6. | Emisyon, iş hijyeni |
| 7. | İnsan vücut sıvıları |
| 8. | Çimento, uçucu kül, hammadde (kalker, kil, farin, demir cevheri, alçı taşı), klinker |

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



R20.40 Yeterlilik Testi Sağlayıcılarının Akreditasyonuna Dair Rehber oluşturuldu. (19.12.2016)

R20.40


Yeterlilik Testi Sağlayıcılarının Akreditasyonuna Dair Rehber

19.12.2016 tarihinde yayımlanan **R20.40** Yeterlilik Testi Sağlayıcılarının Akreditasyonuna Dair Rehber’de yeterlilik testi sağlayıcıların ISO/IEC 17043’e göre akreditasyon süreçleri, yeterlilik testi sağlayıcılarının akreditasyonu için istenen şartlar, kapsam örnekleri hakkında bilgilendirme yapılmaktadır.

12.09.2017 tarihindeki revizyon ile, **Taşeron kullanımı** hakkında daha detaylı bilgi verilmiştir.

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA’daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



P704 Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü revize edildi. (07.12.2017)

P704

Yeterlilik Deneyleri ve Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Programları Prosedürü

Bu prosedürde, akredite olmak ve akreditasyonunu sürdürmek isteyen deney/kalibrasyon ve tıbbi laboratuvarlarının, yeterlilik deneyi ve laboratuvarlar arası karşılaştırma ölçümleriyle ilgili çalışmalarını, denetim ekibinin bu çalışmalara dair denetimini ve TÜRKAK’ ın bu çalışmalara dair değerlendirmesini kapsar.

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA’daki Yeni Gelişmeler

Türk Akreditasyon Kurumu

TÜRKAK Portalı → **Araçlar**

Bu form döşeyi elektronik ortamda kullanıma kapalıdır. İşlemde devam eden belgelerin güncel durumunuza ile ilgili bilgiye ulaşabilirsiniz. [Başvuru Akışı](#) [Örnek Yeterlilik Değerlendirme Raporları](#) [PDF'e Aktar](#)


YETERLİLİK TESTLERİ VE KARŞILAŞTIRMA ÖLÇÜMLERİ KATILIM PLANI VE SONUÇLARIN LİSTESİ
Proficiency Testing and Interlaboratory Comparison Participation Plan and List of Participated Proficiency Testing and Interlaboratory Comparison Results

LABORATUVARIN ADI:
Laboratory Name:

YETERLİLİK TESTLERİ VE KARŞILAŞTIRMA ÖLÇÜMLERİ KATILIM PLANI VE SONUÇLARIN LİSTESİ
Proficiency Testing and Interlaboratory Comparison Participation Plan and List of Participated Proficiency Testing and Interlaboratory Comparison Results

| Kapsama İlişkin Bilgiler | | | | Plan | | | Gerçekleşme Durumu | | | | | | | | |
|--------------------------|------------------------|--|---|--|---|---|---|---|---------------------------------|---|---|--------------------------------|--|---|--|
| Sıra No | Alt Alan / Sub-Element | Standart veya Metot / Standard or Method | Matris / Numune / Matris / Sample Matrix / Measurement Quantity / Instrument or Scope | Ölçülen Parametre / Measured Parameter / Ölçüm Aracı veya Ölçer / Measurement Range or Point | Akreditasyon Kapsamına Giriş Tarihi / Accreditation Date of Scope | 40 günlük zaman skimi içerisinde Katılım Sıklığı / Frequency of Participation within 40 non-overlapping | Planlanan Katılım Tarihi / Estimated Participation Date | YTLAK Katılım Tarihi / Participation Date | Program Sayısı / PT-UC Provider | YTLAK Katılım Sayısı / Number of Participants | Katılım Sayısı / Number of Participants | Ortalama Skoru / Average Score | Değerlendirme Durumu / Evaluation Status | Açıklamalar / (Derece) Açıklamaları / (Grade) Explanations / (Derece) Açıklamaları / Explanations | Son Güncelleme Tarihi / Last Update Date |
| 1 | | EPA.2007 | TOPRAK | KADMIYUM | | | | | 000 | 3 | 1 | -1.37 | BASARILI | | 12.08.2015 00:00 |
| 2 | | EPA.2007 | TOPRAK | TORJAM KROM | | | | | 000 | 2 | 1 | -0.48 | BASARILI | | 12.08.2015 00:00 |
| 3 | | EPA.2007 | TOPRAK | KOBALT | | | | | 000 | 2 | 1 | -0.11 | BASARILI | | 12.08.2015 00:00 |

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



Yeterlilik Testlerine Dair Alt Alanların Belirlenmesi


EA 4/18 “Yeterlilik Testi Katılım Düzeyi Ve Sıklığına İlişkin Kılavuz”

Bu dokümanın hazırlanmasındaki amaç, yeterlilik testi katılım düzeyi ve sıklığına ilişkin değerlendirme konusunda Akreditasyon Kuruluşları arasındaki uyumu artırmak ve laboratuvarlara katılım seviyelerini ve sıklıklarını belirlemelerinde yardımcı olmaktır.

Alt alanların belirlenmesi konusunda bu kılavuz dokümanından faydalanılmalıdır.

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



Laboratuvarın, kendi Kalite Kontrol ölçümlerini çok dikkatli bir şekilde analiz ettikten sonra kendi katılım düzeyi ve sıklığını belirlemesi gerekliliği ifade edilmektedir.


Alt alanlar belirlenirken:

1. Laboratuvarın risk düzeyi, faaliyet gösterdiği sektör veya kullandığı metodolojinin,
2. Kalite Kontrol ölçümlerinin uygunluğunun,
3. Yeterlilik testi katılım sıklığına ilişkin yasal koşullar

dikkate alınması gerektiği vurgulanmıştır.

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



Bir alt disiplin belirlenirken ölçüm tekniğinden başlayıp niteliklere ve ürünlere uzanan kademeli bir yaklaşım benimsenmesinin faydalı olabileceğinden bahsedilmektedir:

1. **Ölçüm tekniğiyle ilgili olarak:** Aynı alt disiplin içinde farklı ölçüm teknikleri yer alabilmektedir.
2. **Ölçüm yapılacak nitelikle ilgili olarak:** Belirlenen veya tanımlanan: aynı alt disiplin içinde birden fazla nitelik (parametre) yer alabilmektedir.
3. **Test edilecek ürünlerle ilgili olarak:** Dahil edilen matrisler, objeler veya materyaller benzer yapıda olduğu sürece aynı alt disiplin içine farklı ürünler dahil edilebilmektedir.

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

Örnek Olay

Laboratuvar tarafından yapılan akredite test faaliyetleri:

- GC-MS yoluyla Topraktaki ve Lağım Çamurundaki Poliklorlu Bifeniller (PCB)
- GC-MS yoluyla Topraktaki ve Lağım Çamurundaki Poliaromatik Hidrokarbonlar (PAH)
- Arıtma ve tutma GC-MS yoluyla Sudaki Volatil Organik Bileşikler (VOC)
- ICP-MS yoluyla Toprak, Lağım Çamuru ve Sudaki Metaller
- Toprak, Lağım Çamuru ve Sudaki pH

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

Alt disiplinlerin belirlenmesinde dikkate alınacak faktörler:

pH konusunda laboratuvar, tüm üç matris için (Toprak, Su ve Lağım Çamuru) aynı standart ISO Metodundan faydalandığını belirlemiştir. Bu ISO Metodu tüm üç matris için de geçerli kılınmış ve bu nedenle laboratuvar bunu tek bir alt disiplin olarak tanımlamıştır.


Belirlenen alt disiplin : Toprak, Lağım Çamuru ve Sudaki pH

Metallerin analizi açısından laboratuvar, tüm üç matris için (Toprak, Su ve Lağım Çamuru) aynı ölçüm tekniğinden (ICP-MS) faydalandığını belirlemiştir. Ancak, Su numunelerinin hazırlanması Toprak ve Lağım Çamuru numunelerinin hazırlanmasından oldukça farklıdır. Buna göre laboratuvar bunu tek bir alt disiplin olarak bildiremeyeceğine karar vermiştir. Ancak toprak ve lağım çamuru metodolojileri karşılaştırılabilir olduğundan aynı alt disiplin altında sayılabilir. Bu şekilde laboratuvar iki tane daha alt disiplin tanımlamıştır.

Belirlenen alt disiplin:
ICP-MS yoluyla Toprak ve Lağım Çamurundaki Metaller
ICP-MS yoluyla Sudaki Metaller

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



PAH ve PCB analizleri için laboratuvar, aynı ölçüm tekniğinden (GC-MS) faydalandığını belirlemiştir ve matrislerin (Toprak, Su ve Lağım Çamuru) çıkarılması her iki matris için de benzerdir. Ancak, metotların önceki geçerli kılınma sürecine göre PCB ve PAH'ın metodolojideki varyasyonları göz önüne alınarak laboratuvar iki tane daha alt disiplin tanımlamıştır.


Belirlenen alt disiplin:
GC-MS yoluyla Topraktaki ve Lağım Çamurundaki Poliklorlu Bifeniller (PCB)
GC-MS yoluyla Topraktaki ve Lağım Çamurundaki Poliaromatik Hidrokarbonlar (PAH)

VOC metodu için laboratuvarın değerlendirmeye alması gereken yalnızca bir matrisi (su) vardır. Bu nedenle laboratuvar bir alt disiplin daha tanımlamıştır.

Belirlenen alt disiplin: Arıtma ve tutma GC-MS yoluyla Sudaki Volatil Organik Bileşikler (VOC)

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

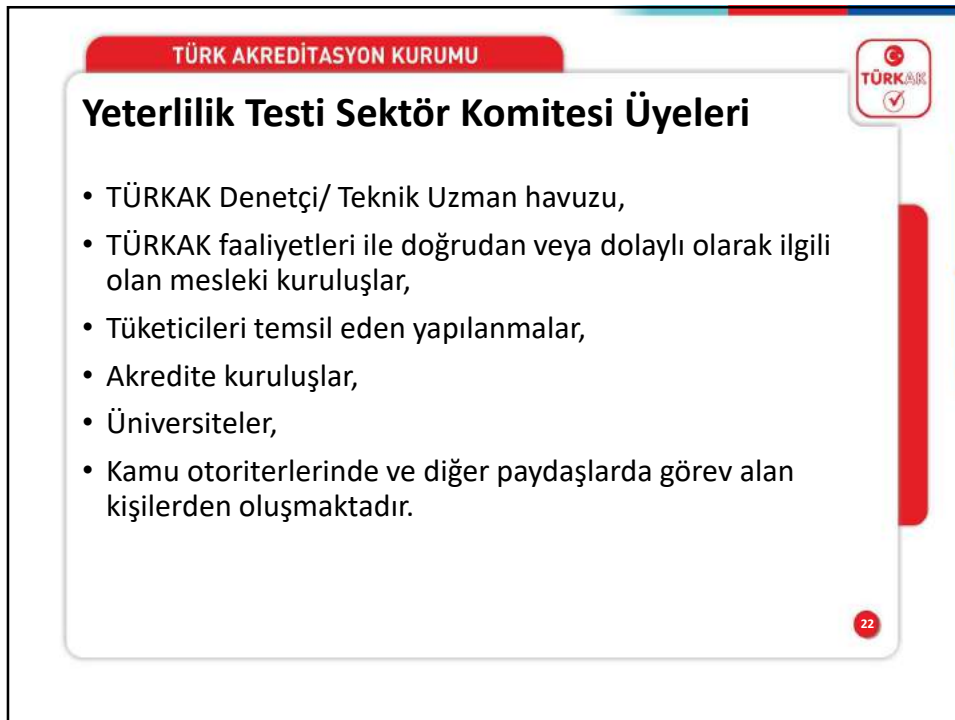
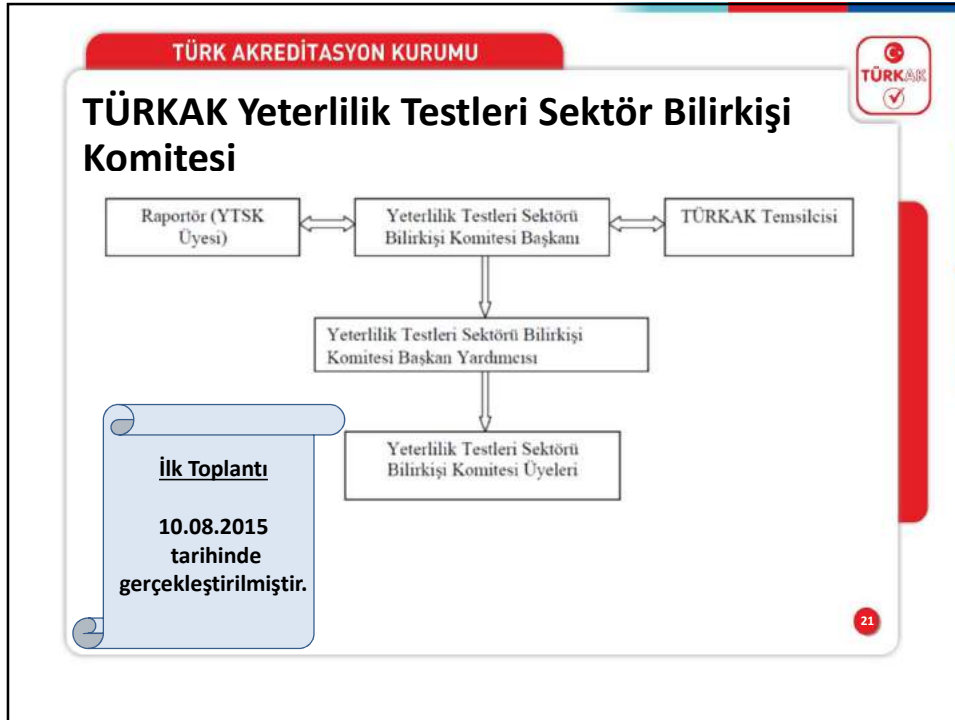
TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




Çalışma sonucunda elde edilen alt disiplinler

1. GC-MS yoluyla Topraktaki ve Lağım Çamurundaki Poliklorlu Bifeniller (PCB)
2. GC-MS yoluyla Topraktaki ve Lağım Çamurundaki Poliaromatik Hidrokarbonlar (PAH)
3. Arıtma ve tutma GC-MS yoluyla Sudaki Volatil Organik Bileşikler (VOC)
4. ICP-MS yoluyla Toprak ve Lağım Çamurundaki Metaller
5. ICP-MS yoluyla Sudaki Metaller
6. Toprak, Lağım Çamuru ve Sudaki pH

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



Yeterlilik Testleri Sektörü Bilirkişi Komitesi Toplantı Gündemi

- ✓ İhtiyaç duyulabilecek YT/ LAK alanlarının tespiti ve potansiyel düzenleyicilerin belirlenmesi
- ✓ Yeterlilik testi alanındaki gelişmeler
- ✓ TÜRKAK dokümanlarının hazırlanması/ revizyon çalışmaları
- ✓ TS EN ISO/IEC 17043 alanında verilen akreditasyona dair harmonizasyon çalışmaları
- ✓ YETBİS

23

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



TÜRKAK Avrupa Akreditasyon Birliği/ Karşılıklı Tanıma Anlaşması (EA/MLA) Kapsamında Yürütülen Faaliyetler

TURKEY
TURKAK
Turkish Accreditation Agency
Mustafa Kemal Mahallesi 2125
Sokak No:1
06520 Çankaya/Ankara
Phone: 00 90 312 410 8200
Fax: 00 90 312 410 8300
Website: www.turkak.org.tr
E-mail: uim@turkak.org.tr
Decision date of the last PE : 04/2017
Date of next reevaluation : 01/2020
Signed PTP for the 1st time in 04/2017

Activities: Calibration (search) | Testing (search) | Product certification (search) | Management Systems Certification (search) | Certification of Persons (search) | Inspection (search) | **Proficiency Testing Providers (search)**

EA EUROPEAN ACCREDITATION

EA MULTILATERAL AGREEMENT

TURKAK
Turkish Accreditation Agency

A signatory to the European Convention for Accreditation (EA) Multilateral Agreement (MLA) in compliance with the internationally agreed criteria ISO/IEC 17011 for accreditation of


| | |
|----------------------------------|-------------------|
| Testing | 8 April 2006 |
| Calibration | 4 April 2008 |
| Certification of products | 26 September 2009 |
| Certification of persons | 26 September 2009 |
| Management systems certification | 26 September 2009 |
| Inspection | 4 April 2009 |
| Proficiency testing provision | 27 April 2017 |

Information provided on behalf of
EA/MLA signatories

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

<http://www.european-accreditation.org/brochure/ea-mla-report-2017>

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




TS EN ISO/ IEC 17043 Avrupa Akreditasyon Birliği Karşılıklı Tanıma Anlaşması (EA/ MLA) Süreci


- TÜRKAK 2016 yılında Yeterlilik Testleri Sağlayıcıları alanında EA eş değerlendirme denetiminden geçmiştir.
- Nisan 2017 de ise Yeterlilik Testleri Sağlayıcılarının akreditasyonu alanında EA/MLA imzalanmıştır.
- Türkiye (TÜRKAK) EA' nın 2017 yılı raporuna göre, YT alanında karşılıklı tanıma anlaşması imzalayan 15 ülkeden biri olmuştur.

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



EA/Eurolab/Eurachem (EEE) Proficiency Test (PT) Working Group (WG) tarafından hazırlanan az katılımcılı PT organizasyonlara yönelik hazırlanan **EA 4/21 Laboratuvar Akreditasyonu Kapsamında, Az Sayıda Laboratuvarın Katıldığı Laboratuvarlararası Karşılaştırmaların Uygunluğunun Denetlenmesi için Kılavuz İlkeler** dokümanı Mart 2018' de yayımlanmıştır.



PROFICIENCY TESTING

EA-4/21 • Guidelines for the assessment of the appropriateness of small interlaboratory comparisons within the process of laboratory accreditation


EA EUROPEAN ACCREDITATION

Publication Reference **EA-4/21 INF: 2018**

Guidelines for the assessment of the appropriateness of small interlaboratory comparisons within the process of laboratory accreditation

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




Yedi veya daha az laboratuvarın organize ettiği karşılaştırmalar az katılımcıyla organize edilen laboratuvarlar arası karşılaştırma (**small ILCs**) olarak adlandırılmaktadır.

Mevcut olan yeterlilik testi programları değerlendirildikten sonra az katılımcıyla organize edilen laboratuvarlar arası karşılaştırmaların seçilmesi vurgulanmaktadır.

Laboratuvarların kendi aralarında yapmaya karar verdikleri az katılımcılı laboratuvarlar arası karşılaştırmaların da **ISO/IEC 17043**'ün şartlarının uygulanması gerektiği ifade edilmektedir.

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



Az sayıda katılımcıyla laboratuvarlar arası karşılaştırma düzenlenmek ve katılmak için bazı nedenlerden bahsedilmektedir, örneğin;


- Mobil internet gibi teknolojinin çok hızlı geliştiği sektörlerde uygun YT programının olmaması,
- Gümrükle ilgili sorunların çıkması ve katılım ücretlerinin laboratuvara aşırı yük getirecek olması,
- Sektörde az sayıda laboratuvarın olması

gibi sebeplerden kaynaklanabilir.

Akreditasyon Kuruluşu denetçilerinin, az sayıda katılımcılı laboratuvarlar arası karşılaştırma çıktılarını değerlendirirken yardımcı olması için dokümanda **üç farklı senaryo** örnek verilmektedir.

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




EA Geri Çekilen Dokümanlar

- EA INF 12 “EA’nın Önemli Gördüğü Yeterlilik Testi Programlarına Katılımın Faydaları ve Önemi”- Mayıs 2017
- EA 2/14 “EA MLA’yı Desteklemek için Kalibrasyonda Bölgesel Laboratuvarlar Arası Karşılaştırmalar için Prosedür» - Mayıs 2017
- EA 3/04 “Deney Laboratuvarı Akreditasyonu için Bir Araç Olan Yeterlilik Testlerinin Kullanımı” Kasım 2017

Dokümanları yürürlükten kalkmıştır.

TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA’daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




35. Avrupa Akreditasyon Birliği Laboratuvar Komitesi (EALC) Toplantısı (14-15.03.2018)

- EA 4/18 “Yeterlilik Testi Katılım Düzeyi ve Sıklığına İlişkin Kılavuz dokümanının revizyonu gündeme gelmiştir. Revizyon çalışmaları için ILAC P9 “Yeterlilik Deneylerine Katılmak için ILAC Politikası” dokümanına ilişkin ILAC kararının beklenmesine karar verildi.
- Uluslararası Laboratuvar Akreditasyon Birliği (ILAC) P13 “Yeterlilik Testi Sağlayıcılarının Akreditasyonu için ISO/IEC 17011’in Uygulanması” dokümanının geri çekilmesi önerildi.


TS EN ISO/IEC 17043 Kapsamında TÜRKAK ve EA’daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




EPTIS (European PT Information System)

- Laboratuvarlar, akreditasyon kurumları, düzenleyici kurumlar vb. için bir Yeterlilik testi program veritabanı.
- 16 avrupa ülkesi ortaklığı ve AB desteği ile 1998 de kuruldu – 2000 de hayata geçti.
- 2004 yılında Avrupa dışına da genişletildi ve daha uluslararası bir veri tabanı haline geldi.



European Information System
on Proficiency Testing Schemes


<http://www.eptis.bam.de>



The EPTIS project is sponsored by the European Commission.


34

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi


<https://yetbis.turkak.org.tr/>



- ✓ Yeterlilik testi sağlayıcıları ile yeterlilik testi katılımcı laboratuvarlarını bir araya getirerek hizmete erişimi kolaylaştırmak amacıyla TÜRKAK tarafından Mayıs 2017’ de oluşturulmuş bir veri tabanı sistemidir.
- ✓ Laboratuvarların ihtiyaçlarına uygun programı hızlıca bulmasına ve program hakkında detaylı bilgi edinmesine yardım eder.

YETBİS’ in Amacı:

- ✓ Ülkemizde yeterlilik testi sağlayıcıları ile katılımcı laboratuvarlar arasında bir köprü oluşturabilmek ve tek taraflı erişim engellerini ortadan kaldırabilmek,
- ✓ Yeterlilik testlerinde süreklilik sağlanmasına katkıda bulunmak,

 **Sistem, tüm yeterlilik testi sağlayıcılarının ve laboratuvarların erişimine açıktır.**

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

- ✓ Yeterlilik Testi Sağlayıcıları sisteme giriş yaparak organize ettikleri YT programlarının veri girişini yaparlar.
- ✓ Yeterlilik testine katılım sağlamak isteyen laboratuvarlar YETBİS veri tabanında anahtar kelime ile arama yaparak kayıtlı YT programlarına erişim sağlayabilir.
- ✓ Katılımcı laboratuvarlar kayıtlı programa ait **Yeterlilik Sağlayıcısı Bilgileri, Teknik Detaylar, Yeterlilik Testi Tarihleri, Ücretler, Yeterlilik Testi Sağlayıcısının İletişim Bilgilerine** erişebilirler.

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU


TÜRKAK

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

ÖNEMLİ DUYURU

YETBİS web sitesinde yer alan tüm içerik yalnızca bilgi amaçlıdır. Yeterlilik testi programlarına ilişkin bilgilerin doğruluğu ve gerçekleştirilen programların sorumluluğu ilgili yeterlilik testi sağlayıcısına aittir. Yeterlilik testinden doğacak bir sorunda **TÜRKAK herhangi bir şekilde sorumlu olmayacaktır.**

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




Kimler Yetbis'e Üye Olabilir?

- **Düzenleyici Kamu Yetkili Kurumları, Sanayi ve Meslek Birlikleri**
- **Bağımsız Kuruluşlar**

YT sağlayıcıları; **TS EN ISO/IEC 17043** Standardına göre akredite ve/veya **TS EN ISO/IEC 17043** Standardına uygun olarak faaliyet gösteren bağımsız ve tarafsız tüzel kişilerdir.

YT sağlayıcısının veya YT programı ile ilgili deney veya ölçümleri gerçekleştirecek taşeron laboratuvarların yeterliliklerini kanıtlamak için **TS EN ISO/IEC 17025** veya **TS EN ISO 15189** standartları kullanılmalıdır.

 **Katılımcı laboratuvarlar;
YETBİS internet sayfasına üye kaydı yaptıramazlar!**

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



Yeterlilik testi sağlayıcıları, gerçekleştirmeyi planladıkları yeterlilik testi programlarının YETBİS veri tabanına girişini yapabilmek için üye olmalıdır.

Yeterlilik Testi Programları Veri Tabanında Arama

Arama...

Yeterlilik Testi Takvim

Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarına yönelik gerçekleştirilmesi planlanan yeterlilik testi programları ve tarihlerine bu bölümden ulaşabilirsiniz. Takvimi görmek için lütfen tıklayınız.

Yeni Üye Kaydı / Üye Girişi


Yeterlilik Testi Bilgi Sistemi'nde yeterlilik testi sağlayıcısı olarak yer almak ve yeterlilik testi programlarınızı YETBİS veritabanında yayımlamak için kayıt yaptırmanız gerekmektedir. Yeni üye kaydı için lütfen tıklayınız.

Yeterlilik Testi Bilgi Sistemi'ne üye olarak giriş yapmak için lütfen tıklayınız.

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU


Üyelik işleminin onaylanması;



Üyelik başvurunuz işleme alınmıştır. En kısa sürede sizinle irtibata geçeceğiz.

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi (YETBİS)
Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi YETBİS'e hoş geldiniz.

Üyelik onaylandıktan sonra;

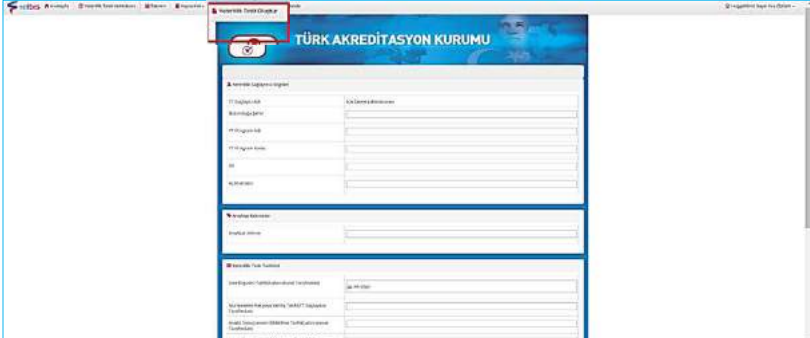


Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi / YETBİS

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

Yetbis Veri Tabanı

Yeterlilik Testi Oluştur



Yeterlilik Testi Oluştur

Yeterlilik Testi Oluştur

YETBİS üzerinden oluşturulan yeterlilik testi programları TÜRKAK tarafından onaylanmadan veri tabanında aramaya açık değildir.

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi / YETBİS

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

yetbis

Yeterlilik Testi Programı organizasyon bilgileri ve üyelik bilgileri revize edilebilmektedir.

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

Yeterlilik Testi Veritabanı | Takvim | Kaynaklar | Yeterlilik Testi Oluştur | Hakkında

Hosgeldiniz Sayın Ece Öztürk

Bilgileri Güncelle
YT Organizasyon Bilgilerini Güncelle
Çıkış Yap

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

Yeterlilik Sağlayıcı Bilgileri

| | |
|------------------------------------|------------------------|
| Yeterlilik Testi Sağlayıcı Adı | Ece Çevre Laboratuvarı |
| Yeterlilik Testi Sağlayıcı Telefon | |
| Yeterlilik Testi Sağlayıcı Faks | |
| Yeterlilik Testi Sağlayıcı Adres | İstanbul |

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

Katılımcı Laboratuvar - Yetbis Veri Tabanında Arama

- ✓ Sağlayıcı adı
- ✓ Yeterlilik Testi Yapılan Malzeme/ Ürün
- ✓ Ölçülen Parametre/Özellik
- ✓ Program Metodu
- ✓ Şehir
- ✓ Tarih

vb. bilgilerle arama yapılabilir.

Yetkililerimiz tarafından yapılan araştırmalar yalnızca bilgi amaçlıdır. Yeterlilik testi programlarının ilgili bilgilerini doğruluğu ve gerçekleştirilen programların sorumluluğu ilgili yeterlilik testi sağlayıcısına aittir. Yeterlilik testinden doğacak bir sorunda TÜRKAK herhangi bir şekilde sorumlu olmayacaktır.


Yeterlilik Testi Programları Veri Tabanında Arama

Arama...

Yeterlilik Testi Takvim

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



YETBİS VERİ TABANINDA ARAMA

SEÇİLEN YT PROGRAMININ AMACA UYGUNLUĞUNA KARAR VERİLMESİ


- Seçilen YT programının amaca uygunluğu katılımcı tarafından kontrol edilmelidir.
- YT çevrimi tarafından sunulan numuneler, matrisler ve/veya seviyeler katılımcı laboratuvarın faaliyet alanına, yaptığı deney veya ölçümlere ve deney veya ölçümlerin ölçme aralıklarına uygun mudur?
- YT çevrimindeki katılımcı sayısı uygun mudur?
- YT sağlayıcısı TS EN ISO/IEC 17043 Standardına göre akredite ve/veya TS EN ISO/IEC 17043 Standardına uygun olarak faaliyet göstermekte midir?

Eğer YT sağlayıcısı TS EN ISO/IEC 17043 standardına göre akredite ise; katılımcı, akreditasyon sertifikasını inceleyerek, YT programının kendi amaçlarına uygun olduğunu doğrulamalıdır.

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

41

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



YETBİS VERİ TABANINDA ARAMA



| Sıra No | YT Program Kodu | Şehir | Yeterlilik Testi Sağlayıcısı | Yeterlilik Testi Programı | Son Başvuru Tarihi | |
|---------|-----------------|----------|------------------------------|---------------------------|--------------------|----------|
| 1 | ASYT-1 | TEKİRDAĞ | LQS-LABORATORY QUALITY ÇORLU | Su-Atiksu | 20.10.2017 | Detaylar |
| 2 | ASYT-2 | Tekirdağ | LQS-LABORATORY QUALITY | Su-Atiksu | 20.10.2017 | Detaylar |

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

42

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

YETBİS VERİ TABANINDA ARAMA

yetbis Anasayfa Yeterlilik Testi Veritabane Takvim Kaynaklar Hakkında Uye G

Yeterlilik Testi Veritabane

Yeterlilik Testi Veritabanında Arama

kömür

| Sıra No | YT Program Kodu | Şehir | Yeterlilik Testi Sağlayıcısı | Yeterlilik Testi Programı | Son Başvuru Tarihi | |
|---------|-----------------|---------------|------------------------------|---|--------------------|-------------------------|
| 1 | KAR-G3RM-1060 | GEBZE-KOCAELİ | TÜBİTAK ÜME | Kömürde Nem, Uçucu Madde, Kül, Toplam Küllük, Alt Isı Değeri ve Üst Isı Değeri Tayini | 25.08.2017 | Detaylar |
| 2 | TR54 | Kocaeli | İZAYDAŞ | Kömür | 01.08.2017 | Başvuru Tarihi Detaylar |

43

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

yetbis

Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarına yönelik gerçekleştirilmesi planlanan yeterlilik testi programları ve tarihlerine takvimden ulaşabilirsiniz.

Kayıt tarihi geçen programlar **uyarı** vermektedir.

yetbis Anasayfa Yeterlilik Testi Veritabane Takvim Kaynaklar Yeterlilik Testi Oluştur Hakkında Yetkili İşlemleri

Hoggeldiniz Sayın yetbis ü

| No | Tarih | Tarih | | | |
|----|--|--|------------|-----------------------|----------------------|
| 81 | TÜBİTAK ÜME | Selçukta Element Tayini | 25.08.2017 | 13.11.2017-29.12.2017 | |
| 82 | TÜBİTAK ÜME | Ayçiçek Yağında Yağ Asitleri Kompozisyonu Tayini | 25.08.2017 | 06.11.2017-29.12.2017 | |
| 83 | TÜBİTAK ÜME | Ayçiçek Yağında Kirletme İndisi, Peroksit Sayısı ve İyot Sayısı Tayini | 25.08.2017 | 06.11.2017-29.12.2017 | |
| 84 | TÜBİTAK ÜME | Çayda Toplam Kül, Rutubet, Ham Selüloz, Su Ekstraktı, Kuru Madde, Toplam Toz Çay, Çözünen Kül, Suda Çözünen Külde Alkalilik ve Kafein Tayini | 25.08.2017 | 06.11.2017-29.12.2017 | |
| 85 | TÜBİTAK ÜME | Suda PAH Tayini | 25.08.2017 | 06.11.2017-29.12.2017 | |
| 86 | LAKSA | Kütle kalibrasyonu | 15.08.2017 | 02.12.2017 | Başvuru Tarihi Geçti |
| 87 | Orta Doğu Teknik Üniversitesi Petrol Araştırma Merkezi | Benzin | 15.08.2017 | 01.11.2017 | Başvuru Tarihi Geçti |

YETBİS' e 512 YT program kaydı yapılmıştır.

Yeterlilik Testleri Bilgi Sistemi/ YETBİS

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

ISO 17034 Kapsamında Türk Akreditasyon Kurumu (TÜRKAK) ve Avrupa Akreditasyon Birliğindeki (EA) Gelişmeler

ISO 17034 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK

ISO 17034

Bu standart, referans malzemeler ve sertifikalı referans malzemelerin üretiminde uyulacak gereklilikleri kapsar.

ISO 17034 içeriği

4. Genel Gereklilikler
5. Yapısal Gereklilikler
6. Kaynak Gereklilikleri
7. Teknik ve Üretim Gereklilikleri
8. Yönetim Sistemi Gereklilikleri

INTERNATIONAL STANDARD ISO 17034

First edition
2014-12-15

General requirements for the competence of reference material producers

Explication générale pour la compétence des producteurs de matériaux de référence

Information on this ISO Standard can be accessed at www.iso.org

© ISO 2014

ISO 17034 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

TÜRKAK'ın Referans Malzeme Üreticileri Akreditasyonuna Giriş Süreci

- TÜRKAK' da RMÜ'lere akreditasyon verilmesi amacıyla ilgili çalışma 2014 yılında başlatılmıştır.
- Aynı yılda akreditasyon başvurularının kabul edilebilmesi için gerekli rehberler ve dokümanlar hazırlanarak TÜRKAK dokümantasyon sisteminde yayımlanmış ve bu alanda akreditasyon başvuruları kabul edilmeye başlanmıştır.
- 2015 yılında ilk akreditasyon başvurusu alınmış ve 2016 yılında ilk denetim gerçekleştirilmiştir.
- 2016 yılının Aralık ayı itibarıyla ISO GUIDE 34 Kılavuzuna göre ilk akreditasyon verilmiştir.
- Şu anda AB-0001-RM koduyla akredite olan tek kuruluş TÜBİTAK UME'dir.

TÜRKAK
ISO 17034 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

ISO Guide 34, 2016 yılında revize edilmiş ve ISO 17034:2016 standardı yayımlanarak yürürlüğe girmiştir.


Yeni Başvurular için ISO 17034: 2016 TÜRKAK Geçiş Politikası

```

graph TD
    A[TSE ISO Guide 34:2016] --> B[1 Ocak 2018]
    C[ISO 17034:2016] --> D[1 Temmuz 2018]
    B --- E[ISO Guide 34:2016 rehberine veya ISO 17034:2016]
    D --- E
  
```

TÜRKAK
ISO 17034 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




ISO GUIDE 34- ISO 17034 TÜRKAK Geçiş Politikası

TÜRKAK web sitesinde 06.09.2017 tarihinde yayımlanan geçiş politikasına göre:

- ✓ **1 Temmuz 2018 tarihine kadar** Kurumumuza TSE ISO Guide 34:2016 rehberine göre başvuru yapmış Referans Malzeme Üreticilerinin denetimleri bu standarda göre yapılarak akreditasyonları gerçekleştirilecektir. Bu kuruluşlara yapılacak ilk gözetim ve/veya kapsam genişletme denetimleri ISO 17034:2016 standardına göre gerçekleştirilerek geçiş sağlanacaktır.
- ✓ Kurumumuz tarafından akredite edilmiş olan Referans Malzeme Üreticilerinin 1 Temmuz 2018 tarihine kadar hazırlıklarını tamamlamaları gerekmektedir. Bu tarihten sonra yapılacak tüm gözetim, kapsam genişletme veya akreditasyon yenileme denetimleri ISO 17034:2016 standardına göre gerçekleştirilecek ve geçişleri sağlanacaktır.

ISO 17034 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




ISO 17034 akreditasyonu için Avrupa Akreditasyon Birliğine Karşılıklı Tanıma Anlaşması (EA/ MLA) başvurusu yapılmıştır. TÜRKAK Şubat 2019' da EA eş değerlendirme denetimi geçirecektir.

EA Eş Değerlendirme denetimi için yapılan hazırlıklar:

- ✓ Referans Malzeme Üretimi alanında potansiyel taşıyan kuruluşlar ile irtibata geçildi ve akreditasyon başvuru durumları hakkında görüşmeler gerçekleştirildi. Buna göre yakın dönemde yeni başvuruların alınacaktır.
- ✓ ISO GUIDE 34 Kılavuzunun ISO 17034 standardına revize edilmesi ile gerçekleştirilecek akreditasyon denetimleri için TÜRKAK dokümantasyonu güncellendi.

ISO 17034 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler


TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




- ✓ 25-26 Ekim 2017 tarihlerinde TÜRKAK' da GUIDE 34/ ISO 17034' e göre Referans Malzeme Üretici Yetkinliği için İdari Şartlar ve Teknik Gereklilikleri üzerine bir çalıştay gerçekleştirildi.
- ✓ GUIDE 34/ISO 17034' e göre Referans Malzeme Üreticileri için Genel Gereksinimler Eğitimi TÜRKAK eğitim takvimine eklendi. (14-15/05/2018)

ISO 17034 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU



EA 4/14 Referans Malzemelerin Seçimi ve Kullanımı Dokümanının Türkçe çevirisi TÜRKAK Dokümantasyonuna eklenmiş ve tüm paydaşlar ile paylaşılmıştır.



ISO 17034 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

ISO 17034 Kapsamında EA' daki Yeni Gelişmeler

- Avrupa Akreditasyon Birliği (EA) ve/ veya Asya Pasifik Laboratuvar Akreditasyon Birliği (APLAC) bölgesinde yaklaşık 12 adet Akreditasyon Kurumu Referans Malzeme Üretimi alanında akreditasyon vermektedir.
- APLAC TC 008 «Referans Malzeme Üretimi ve Kullanımı için Rehber» dokümanı ISO 17034'e göre 2018'de revize edildi.

ISO 17034 Kapsamında TÜRKAK ve EA'daki Yeni Gelişmeler

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

Hazırlık Aşamasında olan TÜRKAK Kılavuzları

1. Metotların Geçerli Kılınması/ Doğrulanması Kılavuzu
2. Ölçüm Belirsizliği Kılavuzu

- **TEORİ + FARKLI UZMANLIK ALANLARINDA ÖRNEKLER**

KILAVUZLAR, ZORUNLU DOKÜMAN DEĞİLDİR.

TÜRK AKREDİTASYON KURUMU




Dinlediğiniz için teşekkür ederim.

Tuğçe AKKAYA

tugce.akkaya@turkak.org.tr

0312- 410 8360



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

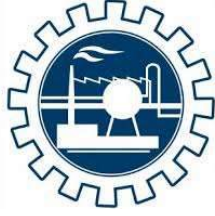
KALİTE POLİTİKASI

Ülkemizde uygunluk değerlendirme alanında ulusal akreditasyon kuruluşu olan TÜRKAK'ın Yönetim organlarının ve bütün çalışanlarının en öncelikli sorumluluğu ISO/IEC 17011 standardının şartlarına uygun bir yönetim sistemi altında, yüksek kaliteli hizmet sunmak ve sistemi sürekli iyileştirmektir. Akreditasyon hizmetinin, ulusal ihtiyaçların karşılanması ve Avrupa Birliği'nin ilgili düzenlemeleri ile uyumlu hale getirilmesi amacıyla TÜRKAK; uluslararası taraflar, kamu kesimi ve ilgili piyasa aktörleri ile işbirliğini vazgeçilmez bir ilke olarak benimsemiştir. TÜRKAK, çalışanlarının yeteneklerini geliştiren, uygun çalışma şartlarını sağlayan, mevcut kaynakları verimli kullanarak tarafsız ve bağımsız şekilde hizmet sunan saygın bir kuruluş olarak faaliyetlerine devam edecektir.

QUALITY POLICY

In our country, in the area of conformity assessment, TÜRKAK is the only national accreditation agency. The highest priority of TÜRKAK's management bodies and all personnel is to provide high quality service and improve system in comply with ISO/IEC 17011. For the purpose of providing accreditation services to satisfy the national needs and harmonizing European Union regulations, TÜRKAK considers cooperation with international stakeholders, government parties and related market actors as an indispensable principle. TÜRKAK will continue to be an impartial, independent and respected service provider, ensuring employees' professional development, suitable working conditions, and resource accessibility.

Mustafa Kemal Mahallesi 2125. Sokak No: 1 Çankaya/ANKARA
Tel: +90 312 410 82 00 Faks: +90 312 410 83 00
www.turkak.org.tr



IV. ULAG

**METOT TEYİDİ/DOĞRULAMASI
VE BU ÇALIŞMALARDA
BİLİNMESİ GEREKEN
İSTATİSTİKSEL TEKNİKLER
Taylan Çoruh**

**METOTDOĞRULAMA
(TEYİT, VERİFİKASYON)**

3.1 METOT DOĐRULAMA (TEYİT)PARAMETRELERİNİN SEÇİMİ

Metot dođrulama parametreleri seilirken kullanılan standart metot incelenerek metotta hangi metot performans parametrelerinin yer aldığına bakılır ve dođrulama parametreleri buna gre seilir. **Metotta yer alan her bir parametrenin dođrulama zorunluluđu yoktur.** rneđin dođrusallılıđı ispatlanmış bir metotta dođrusallık alıřması, matriks sapması yapılmadıđında da seicilik alıřması yapılmayabilir. Hibir metot performans parametresinin yer almadıđı bazı eski test metotlarında dođrulama iřlemi geerli kılma iřlemi kadar kapsamlı olabilir. Dođrulama parametreleri ilgili deney alanına gre farklılık gstermektedir. İz element analizlerinde dođrulama ok kapsamlı bir alıřmayı gerektirirken genellikle ampirik karakterde olan referans malzeme ve laboratuvarlar arası karřılařtırma testlerinin bulunmadıđı bazı mekanik ve fiziksel deneylerde sadece kesinlik verileri ile dođrulama iřlemi yapılabilir.

HANGİ DENEY ALANI OLURSA
OLSUN GENELLİKLE DOĐRULAMA
ALIřMALARININ TAMAMINDA
KESİNLİK VE GEREKLİK
DEĐERLERİNİN DOĐRULAMASI
YAPILIR.

GERÇEKLIK ve KESİNLİK ÇALIŞMALARI

**TEYİT (DOĞRULAMA) ÇALIŞMALARININ AMACI BİR METODUN
PERFORMANS PARAMETRELERİNİN NE OLDUĞUNU BULMAK DEĞİLDİR.**

AMAÇ, METOT YAPICI TARAFINDAN GEÇERLİ KILMA ÇALIŞMALARIYLA
BELİRLENEN VE METOTDA YAYINLANAN PERFORMANS
PARAMETRELERİNE UYGUN ÇALIŞILDIĞININ İSPATLANMASI İŞİDİR.
GERÇEKLIK VE KESİNLİK DEĞERLERİNİN DENEY METODUNDA VERİLMESİ
DURUMUNDA METOT DOĞRULANMASI AMACIYLA METOTDA VERİLEN
MATRİKS VE DENEY SEVİYELERİNE UYGUN VE ÖZDEŞ NUMUNELERLE
ÇALIŞILMALIDIR. AKSİ TAKDİRDE BİAS VE KESİNLİK VERİLERİNİN MATRİKS
VE DENEY SEVİYESİ İLE DEĞİŞTİĞİ DURUMLARDA YAPILAN
KARŞILAŞTIRMALAR YANLIŞLIĞA YOL AÇABİLİR.

ANCAK ORTADA BİR LİMİT DEĞER (ÖRNEĞİN YASAL BİR SINIR DEĞER) SÖZ
KONUSU İSE VEYA LOD VE LOQ ÖNEMLİ İSE BU ÇALIŞMALAR BU
SEVİYELERİ KAPSAMALIDIR.

5

METOT TEYİT ÇALIŞMASINDA KESİNLİK VERİLERİNİN DOĞRULANMASI

LABORATUVAR İÇİNDE YAPILAN TEYİT /DOĞRULAMA
ÇALIŞMALARINDA Tekrarlanabilirlik Standart Sapması
“Sr” ve ilaveten tercihen Orta Kesinlik/Laboratuvar İçi
Uyarlık “Si” değerleri bulunabilir. Burada temel amaç
metoda uygun çalışıldığıının ispatlanmasıdır. Bunun için
deney metodunun ölçüm aralığı ve metodun
uygulanabildiği matrisler dikkate tekrarlanabilirlik ve
orta kesinlik koşulları altında bir dizi deney yapılarak
kesinlik verileri (Sr ve Si) elde edilir.

BU ÇALIŞMALARA DENEY YAPMA YETKİSİ VERİLMİŞ
TÜM PERSONEL KATILMALIDIR

KESİNLİK VERİLERİ

$$S_r \leq S_i \text{ p } SR$$

$$S_r \approx \frac{1}{2}SR \text{ ve } S_r \approx \frac{2}{3}SR$$

İyi bir laboratuvarda istatistiksel olarak $S_r \leq S_i$ alınabilir

DOĞRULAMA ÇALIŞMALARINDA METOT İLE KARŞILAŞTIRMA YAPILIRKEN SADECE TEKRARLANABİLİRLİK STANDART SAPMASININ KARŞILAŞTIRILMASI YETERLİ GÖRÜLEBİLİRSEDE İLAVETEN ARA KESİNLİK STANDART SAPMASININ METOT STANDART SAPMASI İLE KARŞILAŞTIRILMASI TAVSİYE EDİLİR.

KESİNLİK DOĞRULANMA YÖNTEMLERİ

- 1) MÜMKÜN OLMASI DURUMUNDA ÖNCELİKLİ OLARAK LABORATUVAR PERSONELİNDEN BULUNAN KESİNLİK VERİLERİNİ (S_r ve S_i) DENEY METODUNDA VERİLEN KESİNLİK VERİLERİ (S_{r_metot}) İLE KARŞILAŞTIRMAK
- 2) METOTDA KESİNLİK VERİLERİ MEVCUT DEĞİLSE VEYA VERİLEN KESİNLİK VERİLERİNİ KULLANILMASI MÜMKÜN DEĞİLSE BULUNAN DEĞERLERİ VARSA VE İLGİLİ DENEY ALANI BUNA İZİN VERİYORSA LİTERATÜR BİLGİLERİ İLE KARŞILAŞTIRMAK
- 3) YÜZDE (%) TAYİNLERDE HORWITZ EŞİTLİĞİ KULLANMAK
- 4) BAŞKA LABORATUVARLARLA İKİLİ VEYA ÇOKLU KARŞILAŞTIRMA YAPMAK.

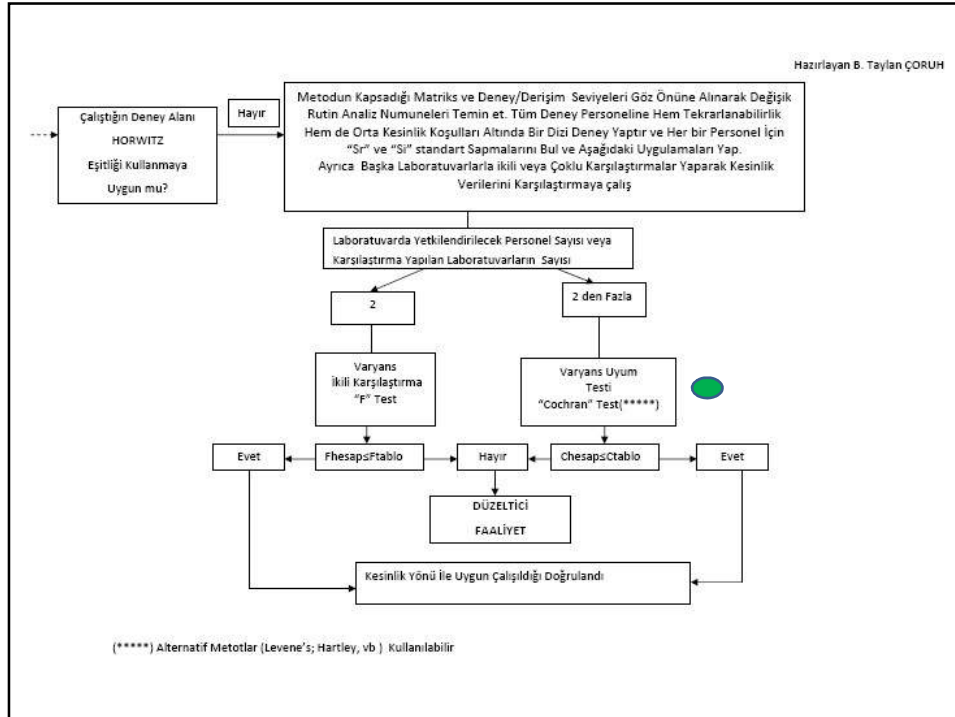
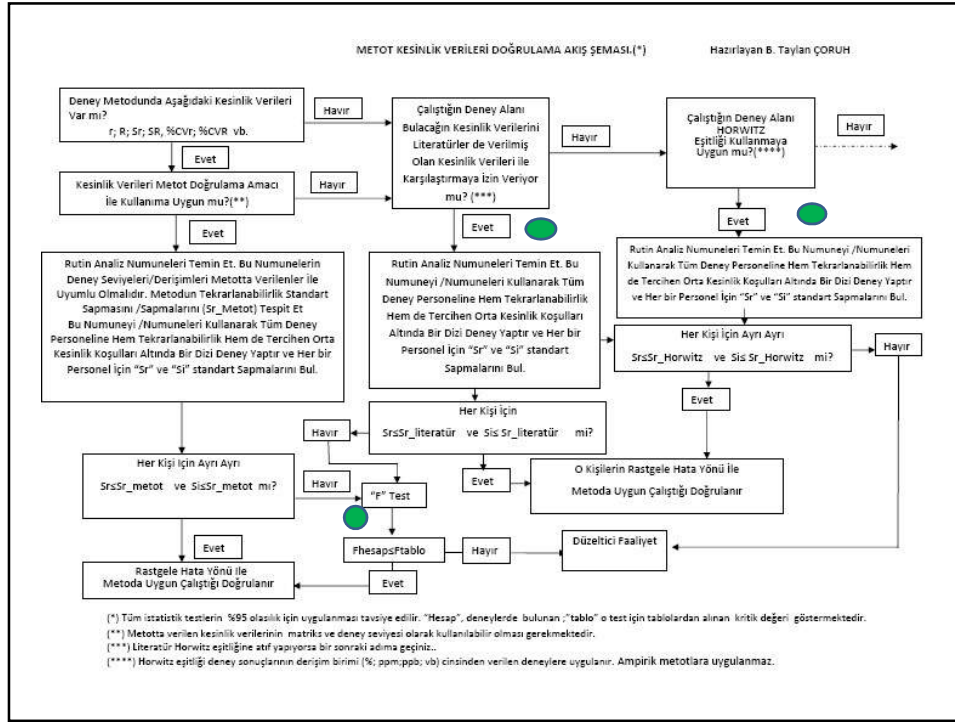
**METOT TEYİT/DOĞRULAMASI SONUCU ELDE EDİLEN VERİLERİN
METOTDA VERİLEN KESİNLİK VERİLERİ İLE KARŞILAŞTIRILMASI
DURUMUNDA DİKKATE ALINMASI GEREKEN HUSUSLAR**

KESİNLİK ÇALIŞMALARINDA KULLANILAN NUMUNELER HEM MATRİKS HEM DE DENEY SEVİYESİ (ÖRNEĞİN DERİŞİM) STANDARTDA VERİLENLERE UYGUN OLMALIDIR. AKSİ TAKDİRDE YAPILAN KARŞILAŞTIRMALAR YANLIŞ OLUR. ÖRNEĞİN STANDARTTA “M” MATRİKSİ İÇİN “X” ELEMENTİ TAYİNİNDE” Sr” DEĞERİ 5,0 ppb İÇİN VERİLMİŞSE KESİNLİK ÇALIŞMALARI İÇME SUYU MATRİKSİNDE VE YAKLAŞIK “X” KONSANTRASYONU 5,0 ppb OLAN NUMUNELERDE YAPILMALIDIR. AMAÇ METODA UYGUN ÇALIŞILDIĞINI İSPATLAMAK OLDUĞUNDAN LABORATUVAR HER KONSANTRASYON SEVİYESİNDE VE MATRİKSDE ÇALIŞMAYI DÜŞÜNÜYORSA KENDİSİ İÇİN RİSK OLUŞTURAN KONSANTRASYON SEVİYESİNDE (ÖRNEĞİN, LOQ SEVİYESİ, VEYA EN KÜÇÜK RAPORLAMA LİMİTİ GİBİ) ÇALIŞMALIDIR.

**METOT TEYİT/DOĞRULAMASI SONUCU ELDE EDİLEN
VERİLERİN METOTDA VERİLEN KESİNLİK VERİLERİ İLE
KARŞILAŞTIRILMASI**

KENDİ ÇALIŞMALARIMIZDA BULUNAN KESİNLİK VERİLERİ (Sr ve Si) DENEY METODUNDA VERİLEN “Sr_metot” DEĞERİNDEN KÜÇÜKSE O KİŞİLERİN METODA UYGUN ÇALIŞTIĞI DOLAYISI İLE O KİŞİNİN YAPMIŞ OLDUĞU RASTGELE HATANIN BELİRLİ BİR GÜVEN SEVİYESİNDE (GENELLİKLE 0,95) ÖNEMSİZ OLDUĞU VE PERSONELİN RASTGELE HATA YÖNÜ İLE METODA UYGUN ÇALIŞTIĞI SONUCUNA SONUCUNA VARILIR.

BULUNAN SAPMALARIN DENEY METODUNDA VERİLEN “Sr_metot” DEĞERİNDEN BÜYÜK OLMASI DURUMUNDA 0,95 GÜVEN SEVİYESİNDE “F” TEST YAPILARAK SON KARAR VERİLİR.



LİTERATÜR VERİLERİ YARDIMI İLE KESİNLİK DEĞERLENDİRİLMESİ

Analyte concentration versus precision

| Analyte % | Analyte ratio | Unit | RSD (%) |
|-----------|------------------|---------|---------|
| 100 | 1 | 100 % | 1.3 |
| ≥ 10 | 10 ⁻¹ | 10 % | 2.7 |
| ≥ 1 | 10 ⁻² | 1 % | 2.8 |
| ≥ 0.1 | 10 ⁻³ | 0.1% | 3.7 |
| 0.01 | 10 ⁻⁴ | 100 ppm | 5.3 |
| 0.001 | 10 ⁻⁵ | 10 ppm | 7.3 |
| 0.0001 | 10 ⁻⁶ | 1 ppm | 11 |
| 0.00001 | 10 ⁻⁷ | 100 ppb | 15 |
| 0.000001 | 10 ⁻⁸ | 10 ppb | 21 |
| 0.0000001 | 10 ⁻⁹ | 1 ppb | 30 |

AOAC manual for the Peer-Verified Methods program

HORWITZ EŞİTLİĞİ YARDIMI İLE KESİNLİK DEĞERLENDİRİLMESİ

HORWITZ EŞİTLİĞİ İLE KESİNLİĞİN DEĞERLENDİRİLMESİ

$$SR_{Horwitz} = 0,02C^{0,8495}$$

$$\%RSD_{R_{Horwitz}} = 2^{(1-0,5\log C)} = 2C^{-0,15}$$

$$HORRAT(R) = \frac{RSD_R}{RSD_{R_{Horwitz}}} \rightarrow 0,5 - 2,0 \text{ ise uygun}$$

$$\left(\text{veya :} HORRAT(R) = \frac{RSD_R}{RSD_{R_{Horwitz}}} \rightarrow \leq 2,0 \text{ ise uygun} \right)$$

$$HORRAT(r) = \frac{RSD_r}{RSD_{R_{Horwitz}}} \rightarrow 0,3 - 1,3 \text{ ise uygun}$$

$$\left(\text{Veya; } HORRAT(r) = \frac{RSD_r}{RSD_{R_{Horwitz}}} \rightarrow \leq 2,0 \text{ ise uygun} \right)$$

| KONSANTARSYON | KÜTLE FRAKSİYONU | RSDR(%) |
|---------------|------------------|---------|
| 100% | 1 | 2 |
| 13,80% | 0,138 | 2,7 |
| 10% | 0,1 | 2,8 |
| 1% | 0,01 | 4 |
| 0,10% | 0,001 | 5,6 |
| 0,01% | 0,0001 | 8 |
| 1 ppm | 0,0000001 | 16 |
| 10ppm | 0,00001 | 11 |
| 100ppm | 0,0001 | 8 |
| 120ppb | 0,00000012 | 21,8 |
| 100ppb | 0,0000001 | 22 |
| 10ppb | 0,00000001 | 22 |
| 1ppb | 0,000000001 | 22 |



Designation: D 4239 – 08

Standard Test Methods for
Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke Using High-
Temperature Tube Furnace Combustion Methods¹

14. Precision and Bias

14.1 Precision—250 µm (No.60) Samples.⁶

**TABLE 2 Repeatability and Reproducibility for Infrared
Absorption Detection**

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

^Awhere \bar{X} is the average of two single test results.

AOAC SMPR 2012.012

**Standard Method Performance Requirements for
Vitamin C in Infant Formula and Adult/Pediatric
Nutritional Formula**

| | | |
|--|--|------|
| Analytical range | 1.0–250 mg/100 g | |
| Limit of detection (LOD) | 0.3 mg | |
| Limit of quantitation (LOQ) | 1.0 mg | |
| Repeatability (RSD _r) | 1.0 mg | ≤10% |
| | 10 mg | ≤5% |
| | 75 mg | |
| | 200 mg | |
| Recovery | 90 to 110% of mean spiked recovery over the range of the assay | |
| Reproducibility (RSD _g) | 1.0 mg | ≤15% |
| | 10 mg | ≤10% |
| | 75 mg | |
| | 200 mg | |
| ^a Concentrations apply to: (1) "ready-to-feed" liquids "as is"; (2) reconstituted powders (25 g into 200 g water); and (3) liquid concentrates diluted 1:1 by weight. | | |
| ^b For all concentrations vitamin C will be expressed as mg/100 g reconstituted liquids. | | |

ÖRNEK

X= 10 Birim için Sr_metot=1.25 birim olarak verilmekte.

Laboratuvarda 3 kişi (A,B ve C şahısları çalışmakta) çalışmaktadır. Bu kişiler tekrarlanabilirlik ve orta kesinlik koşulları altında bir dizi çalışma yaptırılır. Bulunan sonuçlar

Sr_A= 0,75 Birim Sr_A < Sr_metot UYGUN

Sr_B= 0,98 Birim Sr_B < Sr_metot UYGUN

Sr_C= 1,25 Birim Sr_C= Sr_metot UYGUN

Si_A= 0,99 Birim Si_A < Sr_metot UYGUN

Si_B= 1,35 Birim Si_B > Sr_metot UYGUN DEĞİL → "F" TEST

Si_C= 1,42 Birim Si_C > Sr_metot UYGUN DEĞİL → "F" TEST

“F” TEST VE COCHRAN TESTİ İLE KESİNLİK VERİLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

“F” Testi iki amaçla kullanılabilir.

- a) Laboratuvarda Deney Yapma Yetkisi Verilmiş Personelden Bulunan Kesinlik Verilerin Metotta Verilen Tekrarlanabilirlik Standart Sapmasından Büyük Olması Durumunda Varyansların İkili Karşılaştırmasında
- b) Laboratuvarda İki Personel Çalışması Durumunda Eğer Metotta Verilen Tekrarlanabilirlik Standart Sapmasını Kullanmak Mümkün Değilse veya Metotta veya Literatürde Kesinlik Verileri Yer Almıyorsa.

COCHRAN Testi

Laboratuvarda İkiden Fazla Personel Çalışması Durumunda Ve Metotta Kesinlik Verileri Yer Almıyorsa Personel Varyanslarının Uyumunu Test Etmek İçin.

“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.

- a) **Sonuçlarımızı standart test metodunda verilenlerle karşılaştırmak**
- b) Personel yeterliliğine karar vermek
- c) İki metodun karşılaştırılması

23

KARŞILAŞTIRMA İKİ TÜRLÜ SORU SORULARAK YAPILABİLİR

1) Bulunan Standart Sapma Metotta Verilen Metot Tekrarlanabilirliğinden daha mı büyüktür.

TEK YANLI TEST

2) Bulunan standart sapma metottaki ile farklıdır

ÇİFT YANLI TEST

24

KESİNLİKLERİN KARŞILAŞTIRILMASI
İÇİN "F" TESTİ
İKİ VERİ DİZİSİNİN STANDART SAPMALARINI
"S₁" ve "S₂" OLSUN.
VARYANSLAR BULUNUR.
"S₁²" ve "S₂²"
BÜYÜK VARYANSI KÜÇÜK VARYANSA BÖL

$$S_1 > S_2 \text{ ise}$$

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

25

Metotta verilen Tekrarlanabilirlik Standart Sapması S_{r_{metot}}
Laboratuvar da bulunan Tekrarlanabilirlik Standart Sapması S_{r_{lab}}
n = S_{r_{lab}} Standart Sapmasının Elde Edildiği Deney Sayısı

Eğer S_{r_{lab}} ≤ S_{r_{metot}} İse Metoda Uygunluk Teyit Edilir.

Eğer S_{r_{lab}} > S_{r_{metot}} İse "F" Testi Yapılır

$$F_{Hesap} = \left(\frac{S_{r_{lab}}}{S_{r_{metot}}} \right)^2 ; F_{Tablo} \rightarrow (0,95 \text{ olasılık})$$

Serbestlik Derecesi_{Lab} = Deney Sayısı (n) - 1

Serbestlik Derecesi_{Metot} = Toplam Deney Sayısı - Lab Sayısı.

Serbestlik Derecesi_{Metot} = Katılımcı Lab. Sayısı - 1

Veya Katılımcı Lab. Sayısı Bilinmiyorsa 30 veya ∞ alınabilir

F_{Hesap} ≤ F_{Tablo} → Varyanslar (S tan dardı Sapmalar) Uyumlu

F_{Hesap} > F_{Tablo} → Varyanslar (S tan dardı Sapmalar) Uyumsuz

26

KARŞILŞATIRMADA $S_{r_{lab}}$ YERİNE $S_{i_{lab}}$ ALINABİLİR

Metotda verilen Tekrarlanabilirlik Standart Sapması $S_{r_{metot}}$

Laboratu var da Bulunan Orta Kesinlik Standart Sapması $S_{i_{lab}}$

$n = S_{i_{lab}}$ Standart Sapmasının Elde Edildiği Deney Sayısı

Eğer $S_{i_{lab}} \leq S_{r_{metot}}$ İse Metoda Uygunluk Teyit Edilir.

Eğer $S_{i_{lab}} > S_{r_{metot}}$ İse "F" Testi Yapılır

$$F_{Hesap} = \left(\frac{S_{i_{lab}}}{S_{r_{metot}}} \right)^2 ; F_{Tablo} \rightarrow (0,95olasılık)$$

Serbestlik Derecesi $_{Lab} = DeneySayısı(n) - 1$

Serbestlik Derecesi $_{Metot} = KatılımcıLab.Sayısı - 1$

Veya Katılımcı Lab.Sayısı Bilinmiyorsa 30 veya ∞ alınabilir

$F_{Hesap} \leq F_{Tablo} \rightarrow$ Varyanslar (S tan dartSapmalar) Uyumlu

$F_{Hesap} > F_{Tablo} \rightarrow$ Varyanslar (S tan dartSapmalar) Uyumsuz

Ancak Yorumu Muhtaç

27

TS 13365

Mart 2008

ICS 67.180.10

BAL - SU MUHTEVASI TAYİNİ - REFRAKTOMETRİK METOT

4.7.2 Kesinlik

Kesinlik verileri, su muhtevası (W)'nin 15 g/100 g ilâ 25 g/100 g arasında olduğunda geçerlidir.

4.7.2.1 Tekrarlanabilirlik sınırı (r)

Kısa bir zaman aralığında aynı laboratuvarında, aynı cihazlarla, aynı kullanıcı tarafından aynı metot kullanılarak elde edilen bağımsız iki ayrı deney sonucu arasındaki mutlak fark, sonuçların % 5'inden daha fazlasında bağıntı (1) ile elde edilen tekrarlanabilirlik sınırından (r) büyük olmamalıdır.

$$r = \frac{0,093059 \cdot W}{W - 5,9691} \quad (1)$$

Burada;
W Su muhtevası, g/100 g
dir.

Ortalama 10g /100g Su İçeriğine Sahip Balda Yapılan Çalışmada

Personel A ve B Tekrarlanabilirlik Koşulları Altında n=10 Adet Deney Yapmıştır
Sonaçlar

Personel A $w_A=10,1 \text{ g} / 100 \text{ g}$ $S_{r_A} = 0,079 \text{ g} / 100 \text{ g}$

Personel B $w_B=10,0 \text{ g} / 100 \text{ g}$ $S_{r_B} = 0,090 \text{ g} / 100 \text{ g}$

$$r = \frac{0,093059 \cdot w}{w - 5,9691}; \quad w \approx 10 \text{ g} / 100 \text{ g}$$

$$r = \frac{0,093059 \times 10}{10 - 5,9691} = 0,231; \quad S_{r_{Metot}} = \frac{r}{2,8} = \frac{0,231}{2,8} = 0,082$$

$S_{r_A} \text{ p } S_{r_{Metot}} \rightarrow A \text{ Personeli Metoda Uygun Çalışmakta}$

$S_{r_B} \text{ f } S_{r_{Metot}} \rightarrow B \text{ Personeli İçin "F" Testi}$

$$F_{Hesap} = \left(\frac{0,090}{0,082} \right)^2 = 1,20$$

$F_{Tablo_{ÇB}} = 2,57$ (0,95 olasılık; $v_B=9$; $v_{Metot}=29$); $H_0 : S_{r_B} = S_{r_{Metot}}$ $H_a : S_{r_B} \neq S_{r_{Metot}}$

$F_{Tablo_{Tek}} = 2,2$ (0,95 olasılık; $v_B=9$; $v_{Metot}=29$); $H_0 : S_{r_B} = S_{r_{Metot}}$ $H_a : S_{r_B} \text{ f } S_{r_{Metot}}$

$F_{Hesap} \text{ p } F_{Tablo} \rightarrow B \text{ Personeli de Metoda Uygun Çalışmakta}$

BÜYÜK VARYANS

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

| v_2/v_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 | 2.614 | 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 | 2.575 | 2.510 | 2.456 | 2.412 | 2.269 | 2.191 | 1.917 |
| 19 | 4.381 | 3.522 | 3.127 | 2.895 | 2.740 | 2.628 | 2.542 | 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 |

* v_1 = degrees of freedom in numerator; v_2 = degrees of freedom in denominator.

BÜYÜK VARYANS

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

| v_2/v_1^a | 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 |

^a v_1 = degrees of freedom in numerator; v_2 = degrees of freedom in denominator.

31

EXCEL

$$= FTERS(0,025;v_b;v_k) \rightarrow \%95 \text{ Çift Yanlı}$$

$$= FTERS(0,05;v_b;v_k) \rightarrow \%95 \text{ Tek Yanlı}$$

$$= FTERS(0,005;v_b;v_k) \rightarrow \%99 \text{ Çift Yanlı}$$

$$= FTERS(0,01;v_b;v_k) \rightarrow \%99 \text{ Tek Yanlı}$$

$$v_b = \text{Büyük Varyans (pay) Serbestlik Derecesi}$$

$$v_k = \text{Küçük Varyans (payda) Serbestlik Derecesi}$$

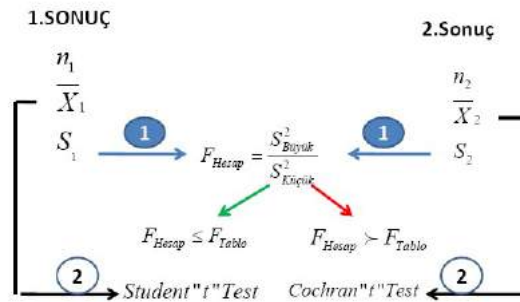
METOTDA KESİNLİK VERİLERİ YOKSA VEYA O VERİLER KULLANILABİLİR DEĞİLSE

METOTDA KESİNLİK VERİLERİ MEVCUT DEĞİLDİR. SÖZ KONUSU TEKNİK DİSİPLİN İÇİN LİTERATÜR BİLGİSİ VEYA HORWITZ EŞİTLİĞİ YARDIMI İLE ELDE EDİLEN KESİNLİK VERİLERİNİN KULLANIMI ÖNGÖRÜLMEMEKTEDİR. BU DURUMDA LABORATUVAR METOT TEYİDİ YAPARKEN KENDİ İÇİNDEKİ **AYNI/ÖZDEŞ NUMUNELERİ ÇALIŞARAK** TEKRARLANABİLİRLİK VE ORTA KESİNLİK KOŞULLARINDA BULDUĞU SONUÇLARIN **VARYANSLARINI VE ARİTMETİK ORTALAMALARINI** BİRBİRİ İLE KARŞILAŞTIRABİLİR. BU DURUMDA TEYİT YAPILIRKEN 2 SEÇENEK SÖZ KONUSU OLABİLİR

- 1) LABORATUVARDA 2 KİŞİ ÇALIŞMAKTADIR
- 2) LABORATUVARDA 2 KİŞİDEN FAZLA ÇALIŞMAKTADIR.

ÖNCE VARYANSLAR "F" TEST SONRA ÇIKAN SONUCA GÖRE ORTALAMALAR UYFUN "t" TEST İLE KARŞILAŞTIRILIR

İKİLİ KARŞILAŞTIRMALAR



**METOTDA METOT PERFORMANS PARAMETRESİ VERİLMEMİŞSE
ve LABORATUVARDA 2 KİŞİ ÇALIŞIYORSA TEYİT İŞLEMİ**

**BİAS ve GERİ KAZANIM ÇALIŞMALARINI YAPILARAK GERÇEKLİK
ÇALIŞMALARINI YAPILIR. İLAVETEN İKİ VARYANS "F" TESTİ;
ARİTMETİK ORTALAMALARDA "F" TESTİ SONUCUNA GÖRE
YA STUDENT "t" YA DA COCHRAN "t" TESTİ İLE
KARŞILAŞTIRILIR**

**a) İKİ STANDART SAPMANIN (VARYANSIN) KARŞILAŞTIRILMASI
"F" TESTİ**

$$F_{\text{Hesap}} = \frac{S^2_{\text{BüyükVaryans}}}{S^2_{\text{KüçükVaryans}}}$$

$$F_{\text{tablo}} = F_{(1, \text{BüyükVaryans}; 1, \text{KüçükVaryans}; p=0,95)}$$

Uygunluk Kriteri

$$F_{\text{Hesap}} \leq F_{\text{tablo}}$$

35

**METOTDA METOT PERFORMANS
PARAMETRESİ VERİLMEMİŞSE ve
LABORATUVARDA 2 KİŞİDEN FAZLA
KİŞİ ÇALIŞIYORSA DOĞRULAMA
İŞLEMİ**

**EN BÜYÜK VARYANS/VARYANSLAR COCHRAN
(VEYA ALTERNATİF TESTLER) TESTİ YARDIMI İLE
KARŞILAŞTIRILABİLİR**

36

**METOTDA METOT PERFORMANS PARAMETRESİ
VERİLMEMİŞSE ve LABORATUVARDA 2 KİŞİDEN FAZLA KİŞİ
ÇALIŞIYORSA TEYİT İŞLEMİ**

VARYANS UYUM TESTİ

Cochran Testi

$$C_{hesap} = \frac{S_{max}^2}{\sum_{i=1}^p S_i^2}$$

$$C_{tablo-0,95}$$

Uygunluk Kriteri :

$$C_{hesap} \leq C_{tablo-0,95}$$

37

**BAŞKA LABORATUVARLARLA İKİLİ VEYA ÇOKLU
KARŞILAŞTIRMA YAPMAK.**

Laboratuvar yukarda anlatılanları uygulama şansına sahip değilse veya ilave olarak başka laboratuvarlarla ikili veya çoklu karşılaştırmalar yaparak kesinlik verilerini doğrulama yapabilir. Bu durumda aynı numune iki veya daha fazla laboratuvar tarafından aynı metotla analiz edilerek bulunan standart sapmalar karşılaştırılabilir.

İkili karşılaştırmalar için "F" testi, çoklu karşılaştırmalar için Cochran testi yapılarak varyanslar karşılaştırılabilir.

GERÇEKLIĐİN (SİSTEMATİK HATALARIN) DOĐRULANMASI. BİAS/GERİ KAZANIM DEĐERLENDİRİLMESİ

SERTİFİKALI REFERANS VEYA REFERANS MALZEME İLE
ÇALIŞILARAK BİAS VERİLERİ ELDE EDİLMİŞ İSE

- 1) Bulunan Deđerleri Deney Metodunda Verilen Bias Deđerleriyle Karşılaştırılır
- 2) Çalışmış Olduđunuz Teknik Disiplin Buna İmkan Sađlıyorsa Bulunan Deđerleri Literatür Bilgileri İle Karşılaştır
- 3) İstatistiksel Test (Önem Testi) Yaparak Karşılaştır

DİKKAT !!!

METOT TEYİDİ/DOĐRULAMASI AMACI İLE
YAPILAN BİAS GERİ KAZANIM ÇALIŞMALARI
TEKRARLANABİLİRLİK KOŞULLARI ALTINDA
YAPILABİLİRSEDE TERCİHAN ORTA
KESİNLİK/LABORATUVAR İÇİ UYARLIK
KOŞULLARI ALTINDA YAPILMALI VE BU
ÇALIŞMALARA DENEY YAPMA YETKİSİ
VERİLMİŞ TÜM PERSONEL KATILMALIDIR.

BİAS HATALARININ METOTTA VERİLMESİ

AOAC SMPR 2012.007

Standard Method Performance Requirements for Heavy Metals in a Variety of Foods and Beverages

| Table 1. Method performance requirements | | | |
|--|--------------------------------------|--|-------------|
| Limit of quantitation (LOQ) | | ≤10 ppb (µg/kg) for foods | |
| | | ≤8 ppb (µg/kg) for infant formula | |
| Range | Repeatability (RSD _r), % | Reproducibility (RSD _R), % | Recovery, % |
| ≥8 ppb to 100 ppb | 15 | 32 | 60–115 |
| >100 ppb to 1 ppm | 11 | 16 | 80–115 |
| >1 ppm to 10 ppm | 7.3 | 8 | 80–115 |

DENEY
METODU**TS EN 872**

Haziran 2007

ICS 13.060.30

**SU KALİTESİ - ASKIDAKİ KATI MADDELERİN TAYİNİ -
CAM ELYAF SÜZGEÇLER KULLANILARAK SÜZME
YÖNTEMİ****9 Kontrol**

Numune yerine çalışılan referans süspansiyon çözeltisinin (Madde 6.2) 200 mL'si kullanılarak deney işlemi (Madde 8) tekrarlanır. Geri kazanma % 90-%110 arasında olmalıdır.

LİTERATÜR BİLGİSİ

Analyte Recovery At Different Concentration

| Analyte Incred. (%) | Analyte ratio | Unit | Mean recovery (%) |
|---------------------|------------------|---------|-------------------|
| 100 | 1 | 100 % | 98-102 |
| ≥ 10 | 10 ⁻¹ | 10 % | 98-102 |
| ≥ 1 | 10 ⁻² | 1% | 97-103 |
| ≥ 0.1 | 10 ⁻³ | 0.1% | 95-105 |
| 0.01 | 10 ⁻⁴ | 100 ppm | 90-107 |
| 0.001 | 10 ⁻⁵ | 10 ppm | 80-110 |
| 0.0001 | 10 ⁻⁶ | 1 ppm | 80-110 |
| 0.00001 | 10 ⁻⁷ | 100 ppb | 80-110 |
| 0.000001 | 10 ⁻⁸ | 10 ppb | 60-115 |
| 0.0000001 | 10 ⁻⁹ | 1 ppb | 40-120 |

AOAC manual for the Peer-Verified Methods program

LİTERATÜR BİLGİSİ

AOAC Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals

| Concentration | Recovery limits |
|----------------|-----------------|
| 100 % | 98-101% |
| 10 % | 95-102% |
| 1 % | 92-105% |
| 0.1 % | 90-108% |
| 0.01% | 85-110% |
| 10 ug/g (ppm) | 80-115% |
| 1 ug/g | 75-120% |
| 10 ug/kg (ppb) | 70-125% |

The Codex Alimentarius Volume 3 "Residues of Veterinary Drugs in Foods" 2nd ed. (1993), Joint FAP/WHO Food Standards Programme, FAO, Rome Italy, p 59, suggests the following limits for residues of veterinary drugs in foods:

| Concentration | Acceptable Range |
|----------------|------------------|
| ≤1 ug/kg | 50 – 120 % |
| ≥1 <10 ug/kg | 60 – 120 % |
| >10 <100 ug/kg | 70 – 110 % |
| ≥100 ug/kg | 80 – 110 % |

İSTATİSTİKSEL TEST (ÖNEM TESTİ) YARDIMI İLE YAPILAN SİSTEMATİK HATALARIN (BİAS/GERİ KAZANIM) KONTROLU

REFERANS DEĞERİN BELİRSİZLİĞİ BİLİNMEDİĞİNDE BİAS (GERİ KAZANIM) KONTROLÜ

SistematiK Hata (bias) Kontrolu

$$t_{hesap} = \frac{|\bar{X} - \mu|}{S / \sqrt{n}} = \frac{|1 - \bar{R}|}{S_R / \sqrt{n}} = \frac{|b|}{S} \sqrt{n} = \frac{|1 - \bar{R}|}{S_R} \sqrt{n}$$

\bar{X} = Deney Sonuçlarının Ortalaması

μ = Bilinen / Referans Değer

n = Deney Sayısı

\bar{R} = Ortalama Geri Kazanım

S = Deneyle Bulunan Sonuçların S tan dard Sapması

S_R = Geri Kazanımların S tan dard Sapması

b = Mutlak Bias

$t_{hesap} \leq t_{tablo(\alpha, 0, 95)}$ İse Bias (Geri Kazanım Hatası) ÖNEMSİZ

$t_{hesap} > t_{tablo(\alpha, 0, 95)}$ İse Bias (Geri Kazanım Hatası) ÖNEMLİ

| Ref 200 | Bulunan | Geri kazanım | %GK |
|-------------|----------------|------------------|----------------|
| 200 | 195 | 0,975 | 97,5 |
| 200 | 194 | 0,97 | 97 |
| 200 | 192 | 0,96 | 96 |
| 200 | 195 | 0,975 | 97,5 |
| 200 | 192 | 0,96 | 96 |
| 200 | 196 | 0,98 | 98 |
| 200 | 194 | 0,97 | 97 |
| 200 | 193 | 0,965 | 96,5 |
| 200 | 192 | 0,96 | 96 |
| 200 | 195 | 0,975 | 97,5 |
| Ort. | 193,8 | 0,969 | 96,9 |
| S | 1,47573 | 0,0073786 | 0,73786 |

$$t_{hesap} = \frac{|\bar{X} - \mu|}{S / \sqrt{n}} = \frac{|1 - \bar{R}|}{S_{Rec.} / \sqrt{n}} = \frac{|193,8 - 200|}{1,4757 / \sqrt{10}} = \frac{|1 - 0,969|}{0,0073786 / \sqrt{10}} = 13,3$$

$$t_{tablo} = 2,26$$

$t_{hesap} > t_{tablo} \rightarrow$ Sistematik Hata Önemli

47

REFERANS DEĞERİNE AİT ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ BİLİNDİĞİNDE BİAS (GERİ KAZANIM) KONTROLÜ

CRM

$$X_{ref.} \pm u_{ref.} (k = \dots)$$

Referans Malzeme Kullanılarak "n" Adet Deney
Yapıldığında $\bar{X}_{lab.}$ Ortalaması ve $S_{lab.}$ Standart Sapması
Bulduğunda

48

BIAS $b = \bar{X}_{lab.} - X_{ref.}$

$$U_b = \sqrt{\frac{S_{lab.}^2}{n} + \left(\frac{u_{ref.}}{k}\right)^2}$$

$$|b| \leq kxU_b ; |b| \leq 2xU_b \text{ ise bias ÖNEMSİZ}$$

$$|b| \text{ f } kxU_b ; |b| \text{ f } 2xU_b \text{ ise bias ÖNEMLİ}$$

49

GERİ KAZANIM

$$R = \frac{X_{lab.}}{X_{ref.}} ; \%R = \frac{X_{lab.}}{X_{ref.}} \cdot 100;$$

$$\%R = \frac{X_{ilave \text{ sonrası ölçüm}} - X_{ilkölçüm}}{X_{ilave}} \cdot 100$$

Ölçüm Belirsizliği

$$\frac{U_R}{R} = U_{R_{bagli}} = \sqrt{\frac{S_{lab.}^2}{n \cdot X_{lab.}^2} + \left(\frac{u_{ref.} / k}{X_{ref.}}\right)^2} = \sqrt{\frac{S_{Recovery}^2}{n \cdot R^2} + \left(\frac{u_{ref.} / k}{X_{spike.}}\right)^2} = \sqrt{\frac{RSD_{Recovery}^2}{n} + \left(\frac{u_{ref.} / k}{X_{spike.}}\right)^2}$$

$$|R - 1| \leq kxU_R ; |R - 1| \leq 2xU_R \text{ ise geri kazanım ÖNEMSİZ}$$

$$|R - 1| \text{ f } kxU_R ; |R - 1| \text{ f } 2xU_R \text{ ise geri kazanım ÖNEMLİ}$$

METODUN ve LABORATUVARIN
 “Sr/Srlab.” ve METODUN “SR”
 DEĞERİ BİLİNDİĞİNDE BİASIN
 LABORATUVAR BİLEŞENİN KONTROL
 ALTINDA OLDUĞUNU GÖSTERMEK

$$S_D^2 = S_I^2 + \frac{S_W^2}{n_I}$$

$$S_R^2 = S_I^2 + S_r^2 \quad S_I^2 = S_R^2 - S_r^2$$

$$S_D^2 = S_R^2 - S_r^2 + \frac{S_W^2}{n_I}$$

$$S_D = \sqrt{S_R^2 - S_r^2 + \frac{S_W^2}{n_I}}$$

$$\Delta p \ 2.S_D \quad \Delta p \ 2\sqrt{S_R^2 - S_r^2 + \frac{S_W^2}{n_I}} = 2\sqrt{S_I^2 + \frac{S_W^2}{n_I}}$$

S_R → Standart Test Metodunda Verilen
 S_r → Standart Test Metodunda Verilen
 S_W → n_I veya başka tekrarlanabilirlik çalışmalarından elde edilen laboratuvar içi standart sapma.

ÖRNEK:

AOAC Official Method 999.07
Aflatoxin B₁ and Total Aflatoxins in Peanut Butter, Pistachio Paste, Fig Paste, and
Paprika Powder
Immunoaffinity Column Liquid Chromatography with Post-Column Derivatization
First Action 1999, Final Action 2008

Table 999.07A Interlaboratory study results for aflatoxin B₁ and total aflatoxins in peanut butter, pistachio paste, fig paste, and paprika powder

| Food | Contamin. | Avg., ng/g | No. labs* | s _r | RSD _r , % | s _R | RSD _R , % |
|--------------------------|-----------|------------|-----------|----------------|----------------------|----------------|----------------------|
| Aflatoxin B ₁ | | | | | | | |
| Peanut butter | Fortified | 0.9 | 15 | 0.09 | 10 | 0.16 | 19 |
| | Fortified | 3.6 | 13 | 0.11 | 3 | 0.66 | 18 |
| | Naturally | 0.8 | 15 | 0.05 | 6 | 0.26 | 32 |
| | Naturally | 1.5 | 14 | 0.10 | 6 | 0.22 | 14 |
| | Naturally | 3.4 | 14 | 0.13 | 4 | 0.65 | 19 |

BULUNAN SONUÇLAR

| Referans | Ortalama | Deney Sayısı | Sr(Sw) |
|----------|-----------|--------------|-----------|
| 0,8 ng/g | 0,82 ng/g | 4 | 0,01 ng/g |
| 3,4 ng/g | 3,16 ng/g | 4 | 0,09 ng/g |

Bulunan tekrarlanabilirlikler (0,01 ve 0,09 ng/g) test metodunda verilenlerden küçük. Kesinlikler teyit edildi.

$$|\Delta_{0,8}| = X_{lab.} - X_{ref.} = 0,82 - 0,8 = 0,02$$

$$|\Delta_{3,4}| = X_{lab.} - X_{ref.} = 3,16 - 3,4 = 0,24$$

$$\Delta p \cdot 2 \cdot S_R \quad \Delta p \cdot 2 \cdot \sqrt{S_R^2 - S_r^2 + \frac{S_w^2}{n_i}}$$

$S_R \rightarrow$ Standart Test Metodunda Verilen (0,26 ng / g ve 0,65 ng / g)

$S_r \rightarrow$ Standart Test Metodunda Verilen (0,05 ng / g ve 0,13 ng / g)

$S_w \rightarrow n_i$ veya başka tekrarlanabilirlik çalışmalarından elde edilen laboratuvar içi standart sapma. (0,01 ng / g ve 0,09 ng / g)

$$2 \cdot \sqrt{S_R^2 - S_r^2 + \frac{S_w^2}{n_i}} = 2 \cdot \sqrt{0,26^2 - 0,05^2 + \frac{0,01^2}{4}} = 0,52 \text{ ng / g}$$

$$2 \cdot \sqrt{S_R^2 - S_r^2 + \frac{S_w^2}{n_i}} = 2 \cdot \sqrt{0,65^2 - 0,13^2 + \frac{0,09^2}{4}} = 1,28 \text{ ng / g}$$

$$|\Delta_{0,8}| p \cdot 0,52 \text{ ve } |\Delta_{3,4}| p \cdot 1,28 \rightarrow \text{BIASYOK}$$

Hazırlayan B. Taylan ÇORUĞ

1

$$\text{BIAS} \quad b = X_{\text{lab}} - X_{\text{ref}} \quad \% \text{BIAS} = \frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{ref}}}{X_{\text{ref}}} \cdot 100$$

$$\text{GERİ KAZANIM} \quad R = \frac{X_{\text{lab}}}{X_{\text{ref}}} \quad \% \text{ GERİ KAZANIM} = \frac{X_{\text{lab}}}{X_{\text{ref}}} \cdot 100$$

$$R = \frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{lab}}}{X_{\text{lab}}} \quad \% R = \frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{lab}}}{X_{\text{lab}}} \cdot 100$$

$b \leq b_{\text{maks}} ; \% b \leq \% b_{\text{maks}} ; R \leq R_{\text{maks}} ; \% R \leq \% R_{\text{maks}}$ Bias Önemli
 $b > b_{\text{maks}} ; \% b > \% b_{\text{maks}} ; R > R_{\text{maks}} ; \% R > \% R_{\text{maks}}$ Bias Önemli

2

$$\frac{|\bar{X}_A - \bar{X}_{\text{metot}}|}{\sqrt{SR^2 - \frac{(n-1)S_r^2}{n}}} = t_{\text{hesap}}$$

$$t_{\text{hesap}} \leq t_{\text{tablo}} \rightarrow \text{Bias Önemli}$$

$$t_{\text{hesap}} > t_{\text{tablo}} \rightarrow \text{Bias Önemli}$$

$\bar{X}_A = \text{Bulunan Ortalama Değer}$
 $\bar{X}_{\text{metot}} = \text{Metoda Verilen Değer}$
 $SR = \text{Uyarılık Standart Sapması}$
 $S_r = \text{Tekrarlanabilirlik Standart Sapması}$
 $n = \text{Deney Sayısı}$

$$\Delta < 2 \sqrt{S_R^2 - S_r^2 + \frac{S_w^2}{n}}$$

$S_R \rightarrow \text{Standart Test Metodunda Verilen}$
 $S_r \rightarrow \text{Standart Test Metodunda Verilen}$
 $S_w \rightarrow n_1$ veya başka tekrarlanabilirlik çalışmalarından elde edilen laboratuvar içi standart sapma. S_w yerine " S_r " alınabilir

$$\Delta < 2 \sqrt{S_R^2 - S_r^2 + \frac{S_r^2}{n}}$$

$$\Delta < 2 \sqrt{S_R^2 - S_r^2 \left(\frac{n-1}{n} \right)}$$

3

(a)

Referans Değerin Belirsizliği Biliniyorsa Bias Kontrolü

Sistemik Hata (bias) Kontrolü

$$t_{\text{hesap}} = \frac{|\bar{X} - \mu|}{S / \sqrt{n}} = \frac{|b|}{S} \sqrt{n} = \frac{|1 - \bar{R}|}{S_r / \sqrt{n}} = \frac{|1 - \bar{R}|}{S_r} \sqrt{n}$$

 \bar{X} = Deney Sonuçlarının Ortalaması μ = Bilinen / Referans Değer n = Deney Sayısı \bar{R} = Ortalama Geri Kazanım S = Deneyle Bulunan Sonuçların Standart Sapması S_r = Geri Kazanımların Standart Sapması b = Mutlak Bias $t_{\text{hesap}} \leq t_{\text{tablo}(2,29)}$ ise Bias (Geri Kazanım Hatası) ÖNEMSİZ $t_{\text{hesap}} > t_{\text{tablo}(2,29)}$ ise Bias (Geri Kazanım Hatası) ÖNEMLİ

(b)

Referans Değerin Belirsizliği Biliniyorsa Bias / Geri Kazanım Kontrolü

SRM (CRM / SRM / ERM)

 $X_{\text{ref}} \pm u_{\text{ref}} (k = \dots)$

Referans Malzeme Kullanılarak "n" Adet Deney

Yapıldığında \bar{X} Ortalaması ve S_{lab} Standart Sapması

Bulduğunda

$$b = \bar{X} - \mu$$

$$U_b = \sqrt{\frac{S_{\text{lab}}^2}{n} + \left(\frac{u_{\text{ref}}}{k}\right)^2}$$

$|b| \leq kxU_b$; $|b| \leq 2xU_b$ ise bias ÖNEMSİZ
 $|b| > kxU_b$; $|b| > 2xU_b$ ise bias ÖNEMLİ

$$\frac{U_R}{\bar{R}} = \sqrt{\frac{S_{\text{lab}}^2}{nX^2} + \left(\frac{u_{\text{ref}}}{X}\right)^2} = \sqrt{\frac{S_{\text{recovery}}^2}{nR^2} + \left(\frac{u_{\text{spike}}}{X}\right)^2} = \sqrt{\frac{RSD_{\text{recovery}}^2}{n} + \left(\frac{u_{\text{spike}}}{X}\right)^2}$$

$|R-1| \leq kxU_R$; $|R-1| \leq 2xU_R$ ise geri kazanım ÖNEMSİZ
 $|R-1| > kxU_R$; $|R-1| > 2xU_R$ ise geri kazanım ÖNEMLİ

4

$$t_{\text{bias}} = \frac{|\bar{X} - \mu|}{S/\sqrt{n}} = \frac{|b|}{S} \sqrt{n} = \frac{|1 - \bar{R}|}{S_R/\sqrt{n}} \left| \frac{1 - \bar{R}}{S_R} \right| \sqrt{n}$$

\bar{X} = Uygulanan Metot Deneysel Sonuçlarının Ortalaması
 μ = Referans Metotta / laboratuvar da Bulunan Değer
 n = Deneysel Sayısı
 \bar{R} = Ortalama Geri Kazanım
 S = Deneysel Bulunan Sonuçların Standart Sapması
 S_R = Geri Kazanımların Standart Sapması
 b = Mutlak Bias
 $t_{\text{bias}} \leq t_{\text{tablo}, \alpha, n}$ ise Bias (Geri Kazanım Hatası) ÖNEMSİZ
 $t_{\text{bias}} > t_{\text{tablo}, \alpha, n}$ ise Bias (Geri Kazanım Hatası) ÖNEMLİ

5

(5a)

$$b = X_{\text{lab}} - X_{\text{LAK}}; \%b = \frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{LAK}}}{X_{\text{LAK}}} \cdot 100$$

$|Z| \text{ veya } |E| \leq 2 \rightarrow \text{Bias (} b \text{ ve } \%b \text{) Önemsiz}$
 $|Z| \text{ veya } |E| > 2 \rightarrow \text{Bias (} b \text{ ve } \%b \text{) Önemli}$
 $|E_n| \leq 1 \rightarrow \text{Bias (} b \text{ ve } \%b \text{) Önemsiz}$
 $|E_n| > 1 \rightarrow \text{Bias (} b \text{ ve } \%b \text{) Önemli}$

(5b/5c)

İki Kişil Laboratuvar \rightarrow Student "t" test (varyans uyumu varsa)

$t_{\text{hesap}} \leq t_{\text{tablo}}$ (Excel $\rightarrow |t_{\text{stat}}| \leq t_{\text{kritik deger}}$) ise 2 ortalama arasındaki fark önemsiz
 $t_{\text{hesap}} > t_{\text{tablo}}$ (Excel $\rightarrow |t_{\text{stat}}| > t_{\text{kritik deger}}$) ise 2 ortalama arasındaki fark önemli

İkiden Fazla Kişil Laboratuvar "ANOVA" Testi

$F \leq F_{\text{ölçölü}}$ ise ortalamalar arasındaki fark önemsiz
 $F > F_{\text{ölçölü}}$ ise ortalamalar arasındaki fark önemli

TESPİT YETENEĐİ
(Küçük Derişim/Deney seviyesi)
DOĐRULAMASI

TAYİN SINIRI ve TESPİT SINIRININDOĐRULANMASI)
(ISO 13530)

EĐER ANALİZ YAPILAN NUMUNENİN KONSANTRASYONU SIKLIKLA TAYİN SINIRINA (LOQ) YAKINLAŐIYORSA TAYİN SINIRININ DOĐRULANMASI HAYATİ BİR ÖNEME SAHİPTİR. BU DURUMDA DOĐRULAMA İŐLEMİ SIKLIKLA YAPILMALIDIR. TAYİN SINIRININ ve TESPİT SINIRININ DOĐRULAMA ÇALIŐMALARI LABORATUVAR İÇİ UYARLILIK KOŐULLARI ALTINDA , GERÇEK NUMUNELERE UYGULANAN İŐLEMLER UYGULANARAK ANALİZ EDİLMELİ VE ÇALIŐMADA BU SEVİYELERDE MADDE İLAVESİ (SPIKE) YAPILMIŐ BLANK MATRİKS NUMUNELERİ veya BLANK MATRİKS NUMUNELERİ KULLANILIR.

3.6- SEÇİCİLİK

Normal Koşullarda Deney Metodundan Matriks Sapması Yapılmadığı Sürece Seçiciliğe Bakılmaz (AOAC How To Meet ISO 17025 Requirements For Method Verification). Mekanik ve Fiziksel testlerde Genellikle Seçicilik Kavramı Yoktur



Technical Note 17 — October 2013

Issued: August 2004 Amended and reissued: December 2008, April 2009, March 2012, June 2012, October 2013

Guidelines for the validation and verification of quantitative and qualitative test methods

**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 Characteristic | Performance Characteristics Included in a Validation | | | | | |
|----------------------------|--|---|---|--|--|---------------|
| | 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 2- DÜŞÜK ANALİZ KONSANTRASYONU
(LOQ CİVARI) NİCEL ANALİZ**

PERFORMANS KARAKTERİSTİKLERİ

1)Gerçeklik: Teyit Yap

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

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

2)Kesinlik: Teyit Yap

Nasıl:Eğer metodun konsantrasyon 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 bir konsantrasyon aralığında gerçeklik ve kesinlik değişmeyecektir. Bu nedenle bir konsantrasyon seviyesi teyit için yeterlidir. Geniş konsantrasyon aralığında gerçeklik ve kesinlik değişebileceğinden farklı konsantrasyon seviyelerinde teyit yapılmalıdır. Analizciler arasında orta kesinlik çalışması yapıldığında tüm analizcilerin eğitilmiş ve metodu uygulayabilecek düzeyde olmaları gereklidir.

3)Spesifiklik: Teyit Yapılır veya Yapılmaz

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

Laboratuvar numuneleri standart metodun öngörülerini 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 matris ve cihaza özeldir.

5) LOQ : Teyit Et

Nasıl: LOQ civarında numunelere analiz yap.

Teyit Nedeni: LOQ matris ve cihaza özeldir.

**KATEGORİ 3- DÜŞÜK ANALİZ KONSANTRASYONU
ÜZERİNDE VEYA ALTINDA ANALİT VARLIĞI TESPİTİ (LİMİT 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 öngörülleri ile aynı ise (aynı matriks) ve cihaz farklılıkları nedeni ile spesifiklik etkilenmiyorsa teyit (verifikasyon) YAPILMAZ

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

**KATEGORİ 4- YÜKSEK ANALİZ KONSANTRASYONU NİCEL
ANALİZ VE KATEGORİ 5 YÜKSEK ANALİZ KONSANTRASYONU
ÜZERİNDE VEYA ALTINDA ANALİT VARLIĞI TESPİTİ (LİMİT**

TEST) • PERFORMANS KARAKTERİSTİKLERİ

1)Gerçeklik: Teyit Yap

Nasıl:Eğer metot dar bir konsantrasyon aralığında geçerli kılınmış ise veya metot 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 yukarıdaki malzemeler yardımı ile teyit et.

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

2) Kesinlik: Teyit Yap

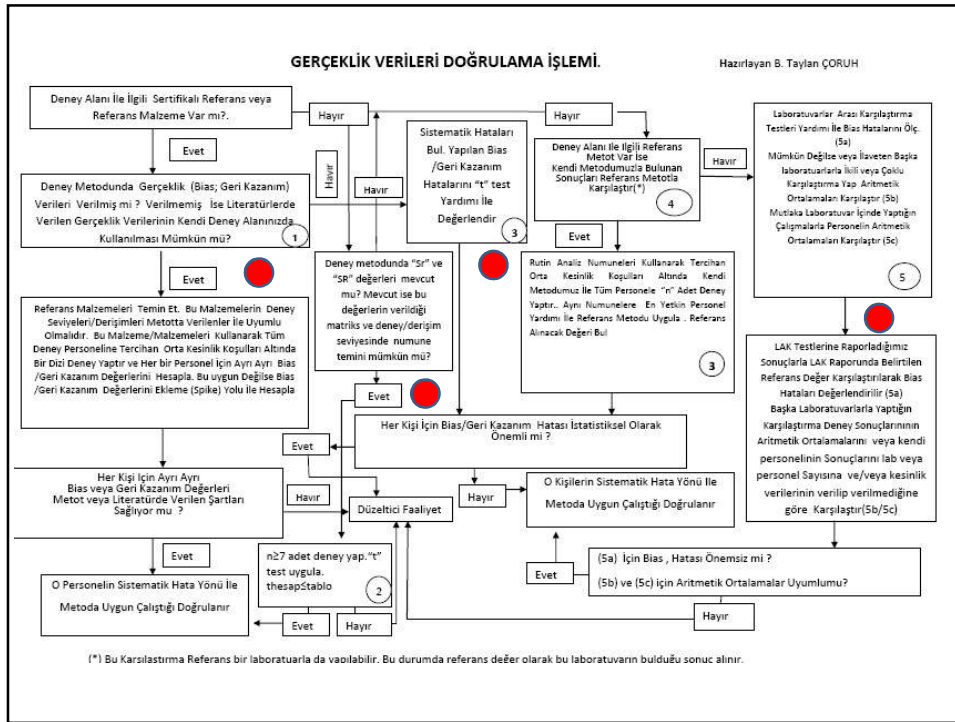
Nasıl: Eğer metodun konsantrasyon değişimi dar ise bir kez tekrarlanabilirlik testi yapılarak teyit yapılabilir. Eğer metodun ölçüm aralığı geniş ise bir düşük, bir orta, bir de yüksek konsantrasyonla çalışılmalıdır.

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

3) Spesifiklik: Teyit Yapılır veya Yapılmaz

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

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



Hazırlayan B. Taylan ÇORUH

1

BIAS

$$b = X_{lab} - X_{ref}$$

$$\%b = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{X_{ref}} \cdot 100$$

%BIAS

GERİ KAZANIM

$$R = \frac{X_{lab}}{X_{ref}}$$

$$\%R = \frac{X_{lab} - X_{ref}}{X_{ref}} \cdot 100$$

%GERİ KAZANIM

$b \leq b_{max}$; $\%b \leq \%b_{max}$; $R \leq R_{max}$; $\%R \leq \%R_{max}$ Bias Önemli

$b > b_{max}$; $\%b > \%b_{max}$; $R > R_{max}$; $\%R > \%R_{max}$ Bias Önemli

2

$$\frac{|\bar{X}_A - \bar{X}_{metot}|}{\sqrt{SR^2 - \frac{(n-1)S_r^2}{n}}} = t_{hesap}$$

$t_{hesap} \leq t_{tablo} \rightarrow$ Bias Önemli

$t_{hesap} > t_{tablo} \rightarrow$ Bias Önemli

$\bar{X}_A =$ Bulunan Ortalama Değer

$\bar{X}_{metot} =$ Metoda Verilen Değer

$SR =$ Uyarık Standart Sapması

$S_r =$ Tekrarlanabilirlik Standart Sapması

$n =$ Deney Sayısı

$$\Delta < 2 \sqrt{S_r^2 - S_w^2 + \frac{S_w^2}{n}}$$

$S_r \rightarrow$ Standart Test Metodunda Verilen

$S_w \rightarrow$ Standart Test Metodunda Verilen

$S_w \rightarrow n_i$ veya başka tekrarlanabilirlik çalışmalarından elde edilen laboratuvar içi standart sapma. S_w yerine " S_r " alınabilir

$$\Delta < 2 \sqrt{S_r^2 - S_w^2 + \frac{S_w^2}{n}}$$

$$\Delta < 2 \sqrt{S_r^2 - S_w^2 \left(\frac{n-1}{n_i} \right)}$$

3

(a)

Referans Değerin Belirsizliği Biliniyorsa Bias Kontrolü

Sistemlik Hata (bias) Kontrolü

$$t_{\text{bias}} = \frac{|\bar{X} - \mu|}{S / \sqrt{n}} = \frac{|b|}{S} \sqrt{n} = \frac{|1 - \bar{R}|}{S_R / \sqrt{n}} = \frac{|1 - \bar{R}|}{S_R} \sqrt{n}$$

 \bar{X} = Deney Sonuçlarının Ortalaması μ = Bilinen / Referans Değer n = Deney Sayısı \bar{R} = Ortalama Geri Kazanım S = Deneyle Bulunan Sonuçların Standart Sapması S_R = Geri Kazanımların Standart Sapması b = Mutlak Bias $t_{\text{bias}} \leq t_{\text{tablo}(0,05)}$ ise Bias (Geri Kazanım Hatası) ÖNEMSİZ $t_{\text{bias}} > t_{\text{tablo}(0,05)}$ ise Bias (Geri Kazanım Hatası) ÖNEMLİ

(b)

Referans Değerin Belirsizliği Biliniyorsa Bias / Geri Kazanım Kontrolü

SRM (CRM / SRM / ERM)

 $X_{\text{ref}} \pm u_{\text{ref}} (k = \dots)$

Referans Malzeme Kullanılarak "n" Adet Deney

Yapıldığında \bar{X} Ortalaması ve S_{lab} Standart Sapması
Bulduğunda

$$b = \bar{X} - \mu$$

$$U_b = \sqrt{\frac{S_{\text{lab}}^2}{n} + \left(\frac{u_{\text{ref}}}{k}\right)^2}$$

 $|b| \leq kxU_b$; $|b| \leq 2xU_b$ ise bias ÖNEMSİZ $|b| > kxU_b$; $|b| > 2xU_b$ ise bias ÖNEMLİ

$$\frac{U_R}{R} = \sqrt{\frac{S_{\text{lab}}^2}{n \cdot X_{\text{lab}}^2} + \left(\frac{u_{\text{ref}}}{X_{\text{ref}}}\right)^2} = \sqrt{\frac{S_{\text{Recovery}}^2}{n \cdot R^2} + \left(\frac{u_{\text{ref}}}{X_{\text{spike}}}\right)^2} = \sqrt{\frac{RSD_{\text{Recovery}}^2}{n} + \left(\frac{u_{\text{ref}}}{X_{\text{spike}}}\right)^2}$$

 $|R - 1| \leq kxU_R$; $|R - 1| \leq 2xU_R$ ise geri kazanım ÖNEMSİZ $|R - 1| > kxU_R$; $|R - 1| > 2xU_R$ ise geri kazanım ÖNEMLİ

4

$$t_{\text{bias}} = \frac{|\bar{X} - \mu|}{S / \sqrt{n}} = \frac{|b|}{S} \sqrt{n} = \frac{|1 - \bar{R}|}{S_R / \sqrt{n}} = \frac{|1 - \bar{R}|}{S_R} \sqrt{n}$$

 \bar{X} = Uygulanan Metot Deney Sonuçlarının Ortalaması μ = Referans Metotta / laboratuvar da Bulunan Değer n = Deney Sayısı \bar{R} = Ortalama Geri Kazanım S = Deneyle Bulunan Sonuçların Standart Sapması S_R = Geri Kazanımların Standart Sapması b = Mutlak Bias $t_{\text{bias}} \leq t_{\text{tablo}(0,05)}$ ise Bias (Geri Kazanım Hatası) ÖNEMSİZ $t_{\text{bias}} > t_{\text{tablo}(0,05)}$ ise Bias (Geri Kazanım Hatası) ÖNEMLİ

5

(5a)

$$b = X_{\text{lab}} - X_{\text{LAK}}; \%b = \frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{LAK}}}{X_{\text{LAK}}} \cdot 100$$

 $|Z| \text{ veya } |z| \leq 2 \rightarrow \text{Bias(} b \text{ ve } \%b) \text{ Önemli}$
 $|Z| \text{ veya } |z| > 2 \rightarrow \text{Bias(} b \text{ ve } \%b) \text{ Önemli}$
 $|E_n| \leq 1 \rightarrow \text{Bias(} b \text{ ve } \%b) \text{ Önemli}$
 $|E_n| > 1 \rightarrow \text{Bias(} b \text{ ve } \%b) \text{ Önemli}$

(5b/5c)

İki Kişi/ Laboratuvar \rightarrow Student "t" test \neg varyans uyumu varsa)
 $t_{\text{hesap}} \leq t_{\text{tablo}} \quad (\text{Excel} \rightarrow |t_{\text{stat}}| \leq t_{\text{kritik iki uçlu}})$ ise 2 ortalama arasındaki fark önemli

 $t_{\text{hesap}} > t_{\text{tablo}} \quad (\text{Excel} \rightarrow |t_{\text{stat}}| > t_{\text{kritik iki uçlu}})$ ise 2 ortalama arasındaki fark önemli

İkiden Fazla Kişi / Laboratuvar "ANOVA" Testi

 $F \leq F_{\text{ölçüt}} \quad \text{ise ortalamlar arasındaki fark önemli}$
 $F > F_{\text{ölçüt}} \quad \text{ise ortalamlar arasındaki fark önemli}$

NUMUNE ALMA BELİRSİZLİĞİ

Dr. Öğretim Üyesi Perihan Yolcu Ömeroğlu





Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü, Bursa

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

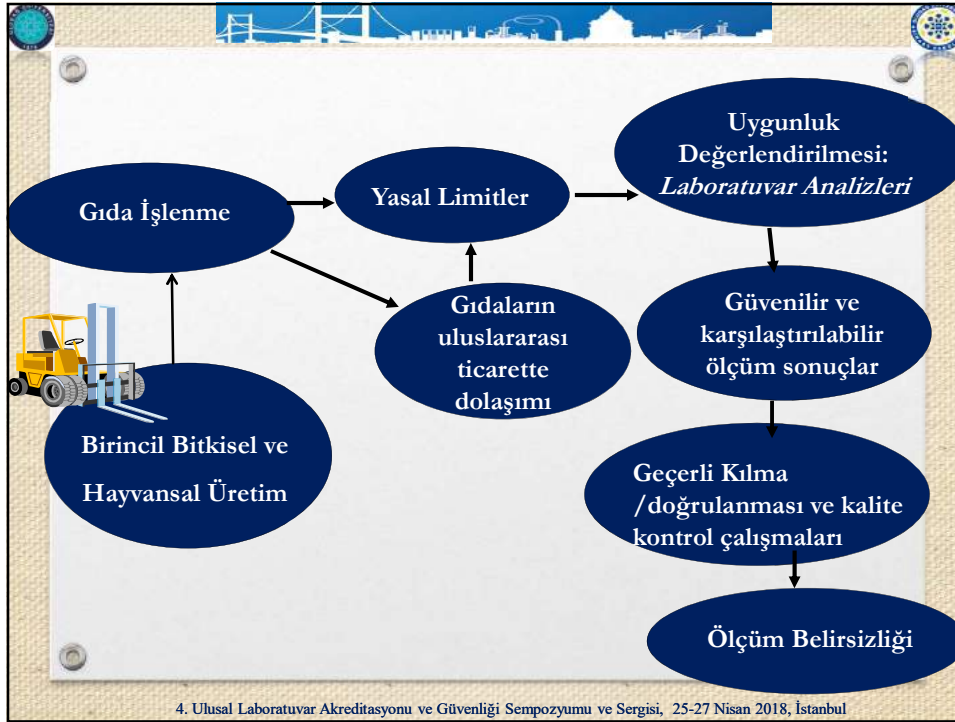
HER YIL DÜNYADA MİLYONLARCA ANALİZ GERÇEKLEŞTİRİLMEKTEDİR!!!

T.C Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı 2016 Faaliyet Raporunu göre

- İthalat ve İhracatta Bitki Sağlığı için 10.947 adet numunede 29.517 adet analiz yapılmıştır
- Hasat öncesi pestisit kalıntısı için 8178 numune analiz edilmiştir
- Veteriner Kontrol Enstitülerinde 625.845 numunede 1.760.781 adet analiz yapılmıştır
- Gıda Kontrol Laboratuvarlarında 172.720 gıda ve yem numunesinde 618.363 analiz gerçekleştirilmiştir
- Ulusal Akademi Kalite Kontrol Laboratuvarlarında 492.661 adet analiz gerçekleştirilmiştir




4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul



NUMUNE ALMA

Numunelerin toplanması ve oluşturulmasını sağlayan numune alma yöntemlerini doğru bir şekilde seçmek analizlerin en başlangıç noktasıdır

- Analiz sonuçlarının kalitesi analiz edilen numuneye bağlıdır
- Analiz Laboratuvarı alt yapı maliyeti 1-20 milyon TL



Numune alma prosedürü doğru seçilmez ve numune ana popülasyonu yeteri derecede temsil etmezse

- Güvenilir analiz sonuçları raporlanamaz
- Bu da analitik aşamaları için harcanan çabaların ve masrafların boşa gitmesine neden olur

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

- Numune alma süreci için belirlenmiş yöntemler olmalıdır
- Numune, kontrol görevlisi tarafından alınır ve usulüne uygun olarak laboratuvara gönderilir.
- Bu yöntemler ulusal/uluslar arası mevzuatlarda tanımlanmış olabilir
 - ✓ 5996 No'lu Kanun Kapsamında Gıdaların Resmi Kontrolleri için Numune Alma Prosedürü
 - ✓ Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Pestisit Kalıntılarının Resmi Kontrolü için Numune Alma Metotları Tebliği (Tebliğ no: 2011/34)
 - ✓ Türk Gıda Kodeksi Koyulaştırılmış Süt ve Süttozlarının Kimyasal Analizi için Numune Alma Metotları Tebliği (Tebliğ no: 2012/3)
 - ✓ Türk Gıda Kodeksi Belirli Gıdalarda Nitrat Limitinin Resmi Kontrolü İçin Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ No: 2011/33)
 - ✓ Türk Gıda Kodeksi Gıdalardaki Mikotoksin Limitlerinin Resmi Kontrolü için Numune Alma, Numune Hazırlama ve Analiz Metodu Kriterleri Tebliği (Tebliğ no: 2011/32)
 - ✓ Türk Gıda Kodeksi Yenilebilir Kazein ve Kazeinatların Kimyasal Analizi için Numune Alma Metotları Tebliği (tebliğ no: 2012/6)
 - ✓ Türk Gıda Kodeksi Mikrobiyoloji Kriterler Yönetmeliği (Yönetmelik No:28157)
 - ✓ General Guidelines on Sampling (CAC/GL 50- 2004) (revizyonda)

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

➤ Numune alma ile ilgili 150'ü aşkın genel ve ürüne spesifik ISO standartları mevcuttur;

- ✓ ISO 18593:2004 Microbiology of food and animal feeding stuffs -- Horizontal methods for sampling techniques from surfaces using contact plates and swabs
- ✓ ISO 23611-1:2006 Soil quality -- Sampling of soil invertebrates -- Part 1: Hand-sorting and formalin extraction of earthworms
- ✓ ISO 23611-2:2006 Soil quality -- Sampling of soil invertebrates -- Part 2: Sampling and extraction of micro-arthropods (Collembola and Acarina)
- ✓ ISO 18400-102:2017 Soil quality -- Sampling -- Part 102: Selection and application of sampling techniques

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi
4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

NUMUNE ALMA

➤ 1500'ü aşkın ISO standart mevcuttur; genel ve ürüne spesifik standartlar

- ✓ ISO 5667-6:2014 Water quality -- Sampling -- Part 6: Guidance on sampling of rivers and streams
- ✓ ISO 5667-7:1993 Water quality -- Sampling -- Part 7: Guidance on sampling of water and steam in boiler plants
- ✓ ISO 5667-8:1993 Water quality -- Sampling -- Part 8: Guidance on the sampling of wet deposition
- ✓ ISO 5667-9:1992 Water quality -- Sampling -- Part 9: Guidance on sampling from marine waters
- ✓ ISO 5667-10:1992 Water quality -- Sampling -- Part 10: Guidance on sampling of waste waters
- ✓ ISO 5667-11:2009 Water quality -- Sampling -- Part 11: Guidance on sampling of groundwaters
- ✓ ISO 5667-14:2014 Water quality -- Sampling -- Part 14: Guidance on quality assurance and quality control of environmental water sampling and handling
- ✓ ISO 5667-20:2008 Water quality -- Sampling -- Part 20: Guidance on the use of sampling data for decision making -- Compliance with thresholds and classification systems
- ✓ ISO 5667-24:2016 Water quality -- Sampling -- Part 24: Guidance on the auditing of water quality sampling

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi
4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

➤1500'ü aşkın ISO standart mevcuttur; genel ve ürüne spesifik standartlar

- ✓ISO 28590:2017 Sampling procedures for inspection by attributes -- Introduction to the ISO 2859 series of standards for sampling for inspection by attributes
- ✓ ISO 28591:2017 Sequential sampling plans for inspection by attributes
- ✓ISO 28592:2017 Double sampling plans by attributes with minimal sample sizes, indexed by producer's risk quality (PRQ) and consumer's risk quality (CRQ)
- ✓ISO 28593:2017 Acceptance sampling procedures by attributes -- Accept-zero sampling system based on credit principle for controlling outgoing quality
- ✓ISO 28597:2017 Acceptance sampling procedures by attributes -- Specified quality levels in nonconforming items per million
- ✓ISO 10725:2000 Acceptance sampling plans and procedures for the inspection of bulk materials
- ✓ISO 24153:2009 Random sampling and randomization procedures
- ✓ISO 8423:2008 Sequential sampling plans for inspection by variables for percent nonconforming (known standard deviation)

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi
4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

➤1500'ü aşkın ISO standart mevcuttur; genel ve ürüne spesifik standartlar

- ✓ ISO 2859-1:1999 Sampling procedures for inspection by attributes -- Part 1: Sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection
- ✓ ISO 2859-2:1985 Sampling procedures for inspection by attributes -- Part 2: Sampling plans indexed by limiting quality (LQ) for isolated lot inspection
- ✓ ISO 2859-3:2005 Sampling procedures for inspection by attributes -- Part 3: Skip-lot sampling procedures
- ✓ ISO 2859-4:2002 Sampling procedures for inspection by attributes -- Part 4: Procedures for assessment of declared quality levels
- ✓ ISO 2859-5:2005 Sampling procedures for inspection by attributes -- Part 5: System of sequential sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection
- ✓ ISO 28598-1:2017 Acceptance sampling procedures based on the allocation of priorities principle (APP) -- Part 1: Guidelines for the APP approach
- ✓ ISO 28598-2:2017 Acceptance sampling procedures based on the allocation of priorities principle (APP) -- Part 2: Coordinated single sampling plans for acceptance sampling by attributes

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi
4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

➤1500'ü aşkın ISO standart mevcuttur; genel ve ürüne spesifik standartlar

- ✓ISO 3951-1:2013 Sampling procedures for inspection by variables -- Part 1: Specification for single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection for a single quality characteristic and a single AQL
- ✓ ISO 3951-2:2013 Sampling procedures for inspection by variables -- Part 2: General specification for single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection of independent quality characteristics
- ✓ ISO 3951-3:2007 Sampling procedures for inspection by variables -- Part 3: Double sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection
- ✓ ISO 3951-4:2011 Sampling procedures for inspection by variables -- Part 4: Procedures for assessment of declared quality levels
- ✓ ISO 3951-5:2006 Sampling procedures for inspection by variables -- Part 5: Sequential sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for inspection by variables (known standard deviation)

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

TERİMLER

➤**Parti:** Bir parti, bir seferde teslim edilen veya üretilen ve numuneyi alan kontrol görevlisi tarafından orijin, üretici, çeşit, ambalajlayıcı, ambalaj tipi, işaretleme, yükleyici gibi özelliklerinin aynı olduğu bilinen veya öngörülen ürün miktarını ifade eder- *Sampling target (Numune alınmasında hedef)*

➤**Birim;** Birincil numunenin tümünü veya bir kısmını oluşturan, bir parti içerisindeki en küçük bağımsız kısmı ifade eder

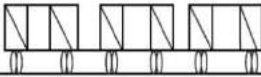
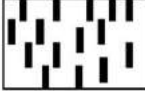
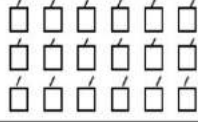
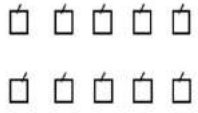
➤**Birincil numune/İnkremental numune:** Partinin bir yerinden alınan bir veya daha fazla birimi ifade eder

➤**Paçal numune:** Bir partiden alınmış olan birincil numunelerin birleştirilmesi ve çok iyi karıştırılması ile elde edilen numunedir. Genellikle et ve kanatlı eti için tek bir birincil numune paçal numune olarak kabul edilir.

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

NUMUNE ALMA PLANI

MRL' e uyum için yapılan pestisit kalıntı analizlerde numune alma yöntemi (CAC 1999; EC 2002; TGK 2011)

| | | |
|---------------------|--|--|
| 1.Numune alma |  | |
| Parti |  | |
| Birincil Numune | 1, 3, 5, veya 10 tane birincil numune bir partinin rastgele seçilmiş bölgelerinden alınır | |
| Paçal Numune |  Birincil örneklerin birleşmesiyle paçal örnek oluşur | |
| Laboratuvar Numnesi |  Laboratuvar nummesinin minimum büyüklüğü en az <i>Büyük boyutlu ürünler; 5 birim en ve 2 kg</i> <i>Küçük boyutlu ürünler; en az 10 birim ve 1 kg</i> | |

CV

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

ISO 17025:2017 VE NUMUNE ALMA

Laboratuvarın Tanımı;




➤ Laboratuvar aşağıdaki bir veya daha fazla faaliyeti yapan kurum:

- ✓ deney;
- ✓ kalibrasyon;
- ✓ müteakip deney ya da kalibrasyonla ilgili **numune alma**

➤ Bu standartta laboratuvar faaliyetleri bu üç hizmeti de kapsamaktadır

ISO 17025:2005 versiyonunda Laboratuvar deney veya kalibrasyon hizmeti yapmıyorsa numune alma işlerine u standardın uygulanmayacağı kapsamında belirtilirken ISO 17025:2017 versiyonunda numune alma Laboratuvarın hizmet kapsamları içine alınmıştır

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul








7.3 Numune alma

7.3.1

- Laboratuvar, yapacağı deney veya kalibrasyon için madde, malzeme ya da ürünlerden numune alması gerektiği durumda, numune almayla ilgili bir plana ve yönteme sahip olmalıdır.
- Numune alma yöntemi, sonraki deney veya kalibrasyon sonuçlarının geçerliliğini güvence altına almak için kontrol edilmesi gereken unsurları ele almalıdır
- Numune alma planı ve yöntemi numune almanın gerçekleştiği yerde erişilebilir olmalıdır
- Numune alma planı, makul olan her durumda, uygun istatistiksel yöntemlere dayandırılmalıdır

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul







7.3 Numune alma

7.3.2

- Numune alma yöntemi aşağıdakileri tanımlamalıdır:
 - ✓ numunelerin veya yerlerin seçimini,
 - ✓ numune alma planını,
 - ✓ sonraki deney veya kalibrasyon için gereken ögeyi sağlamak üzere bir madde, malzeme veya ürün,
- numunenin/numunelerin hazırlanmasını ve işlenmesini.
- Numune laboratuvara kabul edildiğinde, Madde 7.4'te belirtilen şekilde daha fazla elleçleme gerektirebilir

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul






7.3 Numune alma

7.3.3

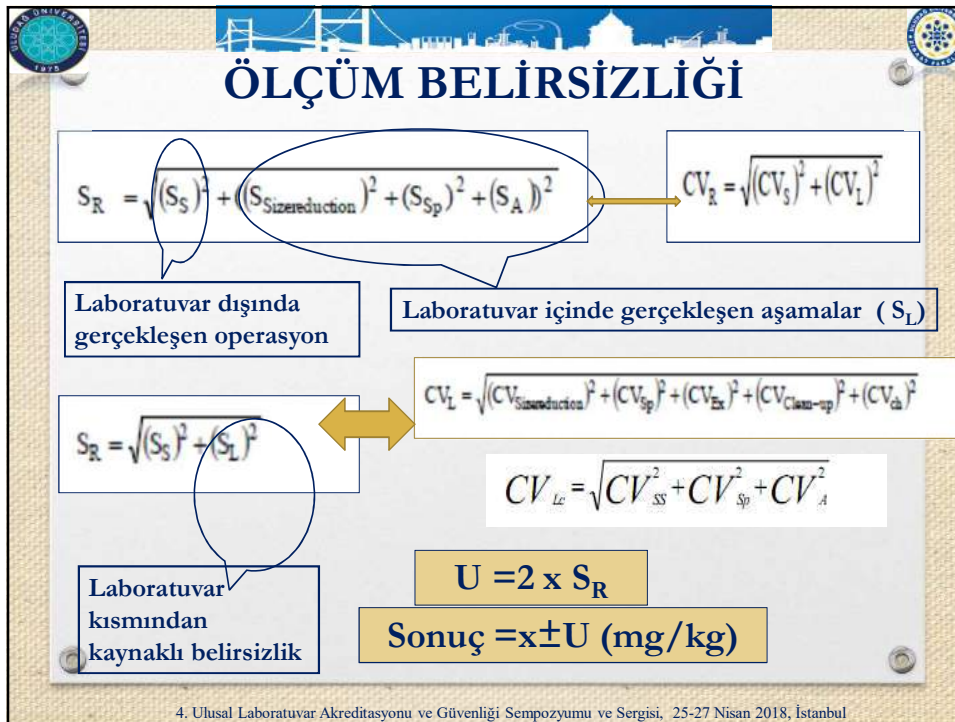
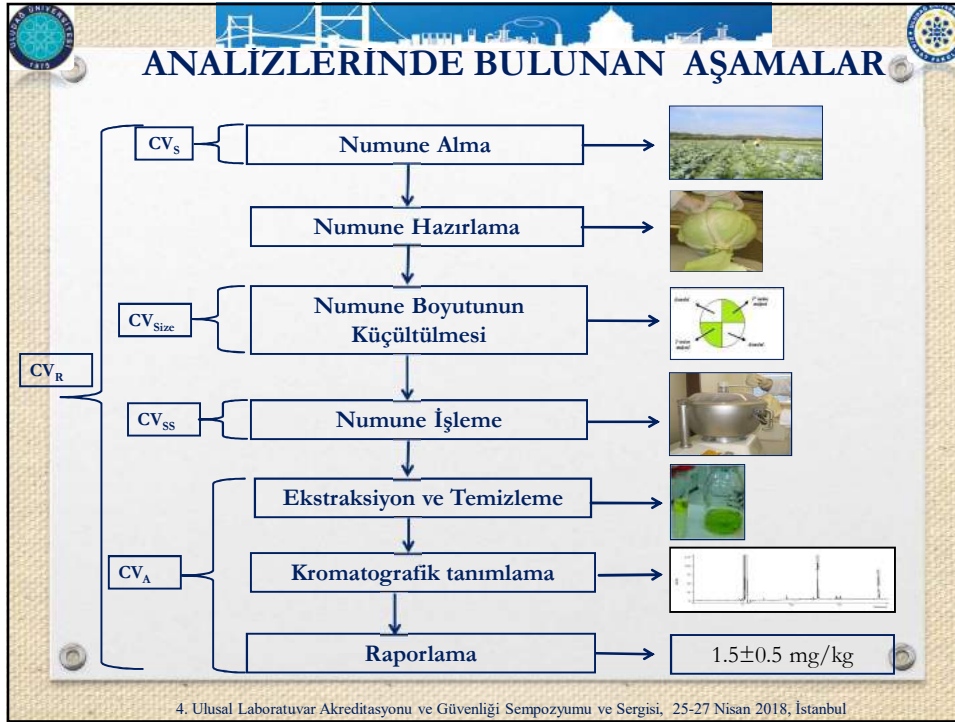
- Laboratuvar, gerçekleştirilen deney veya kalibrasyonun bir bölümünü oluşturan numune alma verilerine dair kayıtları muhafaza etmelidir.
- Bu kayıtlar ilgili olduğu durumlarda aşağıdakileri içermelidir:
 - ✓ kullanılan numune alma prosedürüne atfı,
 - ✓ numune almanın tarih ve saatini,
 - ✓ numuneyi tanımlayan ve tarif eden verileri (ör. sayısı, miktarı, adı),
 - ✓ numune almayı gerçekleştiren personelin kimliğini,
 - ✓ kullanılan donanımın tanımlanmasını,
 - ✓ çevresel koşullar veya taşıma koşullarını,
 - ✓ uygun olduğu durumda numune alınan yerin tanımlanması için şemalar veya diğer eşdeğer araçları,
 - ✓ numune alma planı ve yönteminden sapmalar, ilaveler veya hâriç tutmaları.

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

- 6.6 Maddesine göre Laboratuvar numune alma hizmetini de gerektiğinde dışarıdan hizmet yoluyla alabilir
- 7.2.2.1 Maddesinde geçerli kılma işlemlerinin numune alma prosedürünü de içerebildiği belirtilmiştir
- 7.6.1 Ölçüm Belirsizliği ile ilgili maddesinde ;
 - ✓ Laboratuvarlar ölçüm belirsizliğini artıran etmenleri belirlemelidir
 - ✓ **Ölçüm belirsizliğini değerlendirirken numune almadan kaynaklananlar da dâhil, önemi bulunan tüm etmenler uygun analiz yöntemleri kullanılarak hesaba katılmalıdır.**
- 7.8 Raporlarla ilgili madde de **numune alma** ile ilgili ayrı bir rapor oluşturulabileceğinden bahsedilmektedir. **“Numune Alma Raporu”** olarak üçüncü ayrı bir rapor tanımlanmıştır

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul



NUMUNE ALMA BELİRSİZLİĞİNİN TAHMİNLEMESİNE DAİR YÖNTEMLERİ ELE ALAN REHBERLER



EURACHEM / CITAC Guide

Measurement uncertainty arising from sampling

A guide to methods and approaches

Produced jointly with EUROLAB, Nordtest and the UK RSC Analytical Methods Committee

First Edition 2007



NT TECHNICAL REPORT

UNCERTAINTY FROM SAMPLING

— A NORDTEST HANDBOOK FOR SAMPLING PLANNERS ON SAMPLING QUALITY ASSURANCE AND UNCERTAINTY ESTIMATION BASED UPON THE EURACHEM INTERNATIONAL GUIDE ESTIMATION OF MEASUREMENT UNCERTAINTY ARISING FROM SAMPLING



Christian Gren, Jens Birge Hansen, Bent Madsen, Astrid Norddahl, Mikael Klyskal, Kirsten Jørgensen and Uffe Lund

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

NUMUNE ALMA BELİRSİZLİĞİNİ TAHMİNLEME YÖNTEMLERİ

1. Gy's Numune Alma Sabitine dayanan model yaklaşımı

✓ Numune alma belirsizliğinin numuneler in içerdiği analitin numuneler arası heterojen dağılımına dayandığı belirtilmektedir. Bu nedenle numune alma belirsizliği partikül büyüklüğü ile orantılı olduğu düşünülmektedir

$$\sigma_r^2 = Cd^3 \left(\frac{1}{M_s} - \frac{1}{M_L} \right) \quad \text{Equation 5}$$

where

$\sigma_r = \frac{\sigma_a}{a_L}$ = relative standard deviation of the fundamental sampling error

σ_a = absolute standard deviation (in concentration units)

a_L = average concentration of the lot

d = characteristic particle size = 95% upper limit of the size distribution

M_s = sample size

M_L = lot size

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

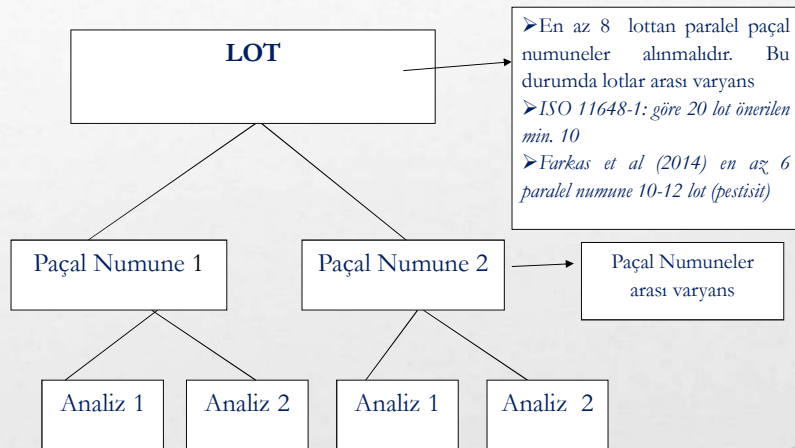
2. Empririk yöntem-Yukarıdan aşağıya yaklaşımı

✓ Numune alma belirsizliğine katkısı olan her bileşenin belirsizliğini hesaplamadan toplam numune alma belirsizliğinin hesaplanması

| Metot | Metot tanımı | Operatör | Protokol | Tahminlenecek bileşenler | | | |
|-------|------------------------------|----------|----------|-------------------------------------|-------|----------|-------|
| | | | | Numune Alma | | Analitik | |
| | | | | Kesinlik | Sapma | Kesinlik | Sapma |
| 1 | Paralel | Tek | Tek | Evet | Hayır | Evet | Hayır |
| 2 | Protokol | Tek | Çoklu | Protokollar arasında | | Evet | Hayır |
| 3 | Kolaboratif numune alma | Çoklu | Tek | Operatörler arasında | | Evet | Evet |
| 4 | Numune alma yeterlilik testi | Çoklu | Çoklu | Protokoller ve operatörler arasında | | Evet | Evet |

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

➤ Paralel Numune Alma Yöntemi -EURACHEM Rehberi (Ramsey ve Ellision 2007)



4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

- En basit ve çok kullanılan yöntemdir
- Paralel numuneler aynı protokol ve aynı operatörler ile alınır
- Numeler arasında olan analit heterojenliği ortaya konulmuş olunur
- Bir tarla içinde numune alınacaksa W şeklinde yol izlenerek paçal numuneler toplanır
- Bu eşleştirilmiş deney tasarımı ile analize ait belirsizlikte ortaya konulacaktır
- Bu hesaplama yöntemine numune sorumlusu en az 8 partinin (veya numune alınacak toplam partilerin en az %10'u kadar sayıdaki partiden) her birinden aynı numune alma planıyla iki paçal numune almalıdır
- Eğer paralel numunelerin tamamı aynı partiden alınırsa numune alma belirsizliği sadece o partiyi temsil eder.
- Ancak 8 farklı partiden alınırsa daha sağlam tahminleme yapılmış olunur
- Tüm paralel numuneler analiz edilmeleri için hazırlanırlar ve her paçal numuneden paralel analitik kısım alınarak analize devam edilir

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

➤ W numune alma yöntemi

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

✓ Paralel numuneler laboratuvar numunesinden, analitik numuneden veya analizin diğer aşamalarından alınarak ölçüm belirsizliğine farklı aşamaların katkısı incelenbilir

✓ ANOVA (Varyans analizi) kullanılarak belirsizliğe katkıda bulunan rastgele hatalar hesaplanabilir ve bu yolla numune alma ile analiz varyanslarını birbirinden ayırmak mümkün olabilir

✓ Aralık istatistiği de hesaplama yapmak için kullanılacak istatistiki bir araçtır

➤ ISO 11648-1 standardına göre ana popülasyondaki değişkenlik hakkında daha kapsamlı ve doğru veri alınabilmesi için yaklaşık 20 partiden numune alınması önerilmiş, minumm sayı ise 10 ile sınırlandırılmıştır (ISO 2003)

➤ Ancak buda yapılacak çalışmanın maliyetini artırmaktadır

✓ Lyn ve ark. (2007) paralel numune alınacak parti sayısını 8'den 16'ya çıkarmanın numune alma belirsizliğinin güven aralığında çok fazla değişiklik oluşturmadığı sonucuna varmıştır

✓ Farkas et al (2014) ise rölatif bileşke belirsizliğin 50%'den fazla olduğu ölçümlerde numune alma belirsizliğinin istatistiki olarak anlamlı olarak hesaplanabilmesi için az 6 paralel numune 10-12 partiden alınması gerektiğini ortaya koymuştur (pestisit)

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

**PARALEL YÖNTEME DAYANAN
HESAPLAMA ÖRNEĞİ**
Eurachem Rehberi (Ramsey ve Ellison 2007)

Örnek 1. A.3

| Ölçülen Büyüklük | | | | Belirsizlik Tahminlenmesi | |
|-------------------------|-------|-------------------------------|---|---------------------------|----------------|
| Analit ve teknik | Birim | Alan/matriks | Numune alınan hedef | Yöntem | İstatistik |
| Çözülmüş demir, ICP-AES | mg/L | Çevresel numune/yer altı suyu | Yer altı sularını temsilen seçilen bir kaynak | Paralel numune | Rölatif aralık |

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

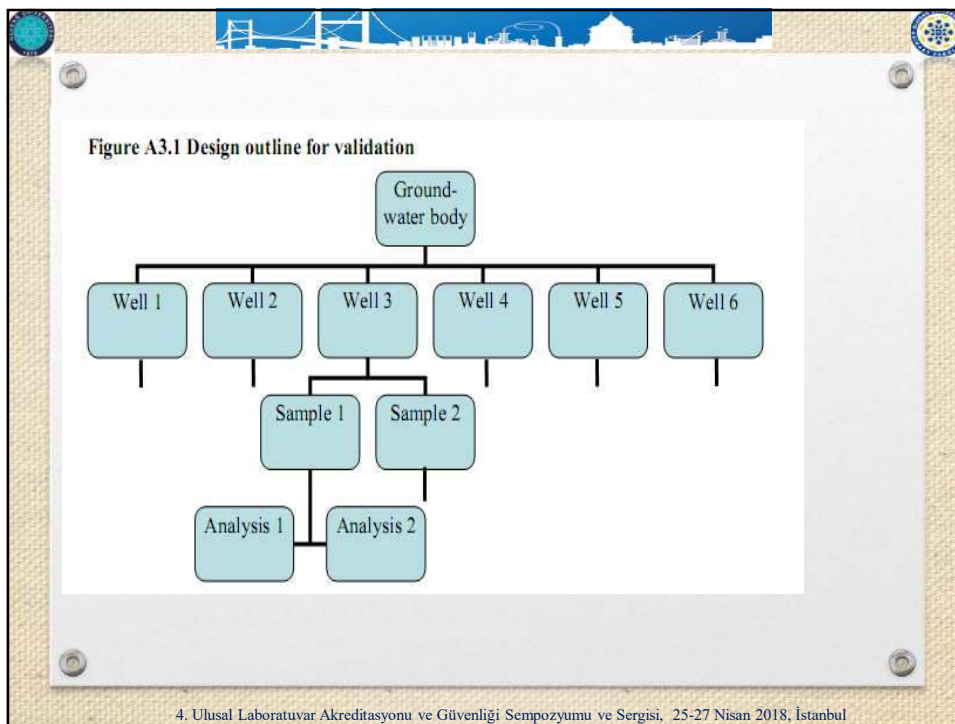


Table A3.8: Results and range calculations for the validation study, dissolved iron, basic data in bold, symbols used to describe calculations only (*T*: target, *S*: sample, *A*: analysis, *R*: absolute differences, *r*: relative differences, *n*: numbers)

| Well number | S1A1 mg l ⁻¹ | S1A2 mg l ⁻¹ | S2A1 mg l ⁻¹ | S2A2 mg l ⁻¹ | $R_1 = S1.A1 - S1.A2 $ mg l ⁻¹ | $\bar{S1} = \frac{S1.A1 + S1.A2}{2}$ mg l ⁻¹ | $r_1 = \frac{R_1}{\bar{S1}} * 100$ % | $R_2 = S2.A1 - S2.A2 $ mg l ⁻¹ | $\bar{S2} = \frac{S2.A1 + S2.A2}{2}$ mg l ⁻¹ | $r_2 = \frac{R_2}{\bar{S2}} * 100$ % | $\bar{S} = \frac{\bar{S1} + \bar{S2}}{2}$ mg l ⁻¹ | $r = \frac{ \bar{S1} - \bar{S2} }{\bar{S}} * 100$ % |
|----------------|---|-----------------------------------|--|-----------------------------------|---|--|---|---|--|---|---|--|
| 99.474 | 0.815 | 0.834 | 0.912 | 0.893 | 0.019 | 0.825 | 2.30 | 0.019 | 0.903 | 2.11 | 0.864 | 9.03 |
| 99.468 | 1.80 | 1.83 | 1.94 | 1.93 | 0.030 | 1.82 | 1.65 | 0.010 | 1.94 | 0.517 | 1.88 | 6.40 |
| 99.469 | 1.69 | 1.68 | 1.79 | 1.77 | 0.010 | 1.69 | 0.593 | 0.020 | 1.78 | 1.12 | 1.73 | 5.48 |
| 99.916 | 2.62 | 2.61 | 2.83 | 2.84 | 0.010 | 2.62 | 0.382 | 0.010 | 2.84 | 0.353 | 2.73 | 8.07 |
| 99.327 | 1.66 | 1.63 | 1.58 | 1.59 | 0.030 | 1.65 | 1.82 | 0.010 | 1.59 | 0.631 | 1.62 | 3.72 |
| 99.371 | 1.52 | 1.53 | 1.47 | 1.50 | 0.010 | 1.53 | 0.656 | 0.030 | 1.49 | 2.02 | 1.51 | 2.66 |
| | | | | | | | $\sum r_1 = 7.413$ | | | $\sum r_2 = 6.750$ | $\sum \bar{S} = 10.32$ | $\sum r = 35.36$ |
| | | | | | | | $n_1 = 6$ | | | $n_2 = 6$ | $n_s = 6$ | $n_r = 6$ |
| Analysis | $r_A = \frac{\sum r_1 + \sum r_2}{n_1 + n_2}$ | | $r_A = \frac{7.413 + 6.750}{6 + 6} = 1.18$ | | $CV_A = \frac{r_A}{\bar{S}}$ | | $CV_A = \frac{1.18}{1.128} = 1.05$ | | | | | |
| Sampling | $r_{S+A} = \frac{\sum r}{n_s}$ | | $r_{S+A} = \frac{35.36}{6} = 5.89$ | | $CV_{S+A} = \frac{r_{S+A}}{1.128}$ | | $CV_{S+A} = \frac{5.89}{1.128} = 5.22$ | | $CV_S = \sqrt{CV_{S+A}^2 - \frac{CV_A^2}{2}}$ | | $CV_S = \sqrt{5.22^2 - \frac{1.05^2}{2}} = 5.17$ | |
| Between-target | $S_{T-S+A} = \frac{\sum \bar{S}}{n_r}$ | | $S_{T-S+A} = \frac{10.32}{6} = 1.72$ | | $r_{T-S+A} = r_{\bar{S}}$ | | $r_{T-S+A} = 0.604$ | | $CV_{T-S+A} = \frac{r_{T-S+A}}{S_{T-S+A}} * 100$ | | $CV_{T-S+A} = \frac{0.604}{1.72} * 100 = 35.1$ | |
| | | | | | | | | | $CV_T = \sqrt{CV_{T-S+A}^2 - \frac{CV_{S+A}^2}{2}}$ | | $CV_T = \sqrt{35.1^2 - \frac{5.17^2}{2}} = 34.9$ | |

Table A3.8: Results and range calculations for the validation study, dissolved iron, basic data in bold, symbols used to describe calculations only (*T*: target, *S*: sample, *A*: analysis, *R*: absolute differences, *r*: relative differences, *n*: numbers)

| Well number | S1A1 | S1A2 | S2A1 | S2A2 | $R_1 = S1.A1 - S1.A2 $ | $\bar{S1} = \frac{S1.A1 + S1.A2}{2}$ | $r_1 = \frac{R_1}{\bar{S1}} * 100$ | $R_2 = S2.A1 - S2.A2 $ | $\bar{S2} = \frac{S2.A1 + S2.A2}{2}$ | $r_2 = \frac{R_2}{\bar{S2}} * 100$ |
|-------------|---|--------------------|--|--------------------|----------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|-------------------------|--------------------------------------|------------------------------------|
| | mg l ⁻¹ | mg l ⁻¹ | mg l ⁻¹ | mg l ⁻¹ | mg l ⁻¹ | mg l ⁻¹ | % | mg l ⁻¹ | mg l ⁻¹ | % |
| 99.474 | 0.815 | 0.834 | 0.912 | 0.893 | 0.019 | 0.825 | 2.30 | 0.019 | 0.903 | 2.11 |
| 99.468 | 1.80 | 1.83 | 1.94 | 1.93 | 0.030 | 1.82 | 1.65 | 0.010 | 1.94 | 0.517 |
| 99.469 | 1.69 | 1.68 | 1.79 | 1.77 | 0.010 | 1.69 | 0.593 | 0.020 | 1.78 | 1.12 |
| 99.916 | 2.62 | 2.61 | 2.83 | 2.84 | 0.010 | 2.62 | 0.382 | 0.010 | 2.84 | 0.353 |
| 99.327 | 1.66 | 1.63 | 1.58 | 1.59 | 0.030 | 1.65 | 1.82 | 0.010 | 1.59 | 0.631 |
| 99.371 | 1.52 | 1.53 | 1.47 | 1.50 | 0.010 | 1.53 | 0.656 | 0.030 | 1.49 | 2.02 |
| | | | | | | | $\sum r_1 = 7.413$ | | | $\sum r_2 = 6.750$ |
| | | | | | | | $n_1 = 6$ | | | $n_2 = 6$ |
| Analysis | $r_A = \frac{\sum r_1 + \sum r_2}{n_1 + n_2}$ | | $r_A = \frac{7.413 + 6.750}{6 + 6} = 1.18$ | | $CV_A = \frac{r_A}{1.128}$ | | $CV_A = \frac{1.18}{1.128} = 1.05$ | | | |

Table A3.8: Results and range calculations for the validation study, dissolved iron, basic data in bold, symbols used to describe calculations only (*T*: target, *S*: sample, *A*: analysis, *R*: absolute differences, *r*: relative differences, *n*: numbers)

| Well number | $\bar{S1} = \frac{S1.A1 + S1.A2}{2}$ | $\bar{S2} = \frac{S2.A1 + S2.A2}{2}$ | $\bar{S} = \frac{\bar{S1} + \bar{S2}}{2}$ | $r = \frac{ S1 - S2 }{\bar{S}} * 100$ | | |
|----------------|--|--------------------------------------|---|--|--|--|
| | mg l ⁻¹ | mg l ⁻¹ | mg l ⁻¹ | % | | |
| 99.474 | 0.825 | 0.903 | 0.864 | 9.03 | | |
| 99.468 | 1.82 | 1.94 | 1.88 | 6.40 | | |
| 99.469 | 1.69 | 1.78 | 1.73 | 5.48 | | |
| 99.916 | 2.62 | 2.84 | 2.73 | 8.07 | | |
| 99.327 | 1.65 | 1.59 | 1.62 | 3.72 | | |
| 99.371 | 1.53 | 1.49 | 1.51 | 2.66 | | |
| | | | $\sum \bar{S} = 10.32$ | $\sum r = 35.36$ | | |
| | | | $n_s = 6$ | $n_r = 6$ | | |
| Sampling | $r_{S+A} = \frac{\sum r}{n_s}$ | $r_{S+A} = \frac{35.36}{6} = 5.89$ | $CV_{S+A} = \frac{r_{S+A}}{1.128}$ | $CV_{S+A} = \frac{5.89}{1.128} = 5.22$ | $CV_S = \sqrt{CV_{S+A}^2 - \frac{CV_A^2}{2}}$ | $CV_S = \sqrt{5.22^2 - \frac{1.05^2}{2}} = 5.17$ |
| Between-target | $S_{T-S+A} = \frac{\sum \bar{S}}{n_r}$ | $S_{T-S+A} = \frac{10.32}{6} = 1.72$ | $r_{T-S+A} = r_{\bar{S}}$ | $r_{T-S+A} = 0.604$ | $CV_{T-S+A} = \frac{r_{T-S+A}}{S_{T-S+A}} * 100$ | $CV_{T-S+A} = \frac{0.604}{1.72} * 100 = 35.1$ |
| | | | $CV_T = \sqrt{CV_{T-S+A}^2 - \frac{CV_{S+A}^2}{2}}$ | $CV_T = \sqrt{35.1^2 - \frac{5.17^2}{2}} = 34.9$ | | |

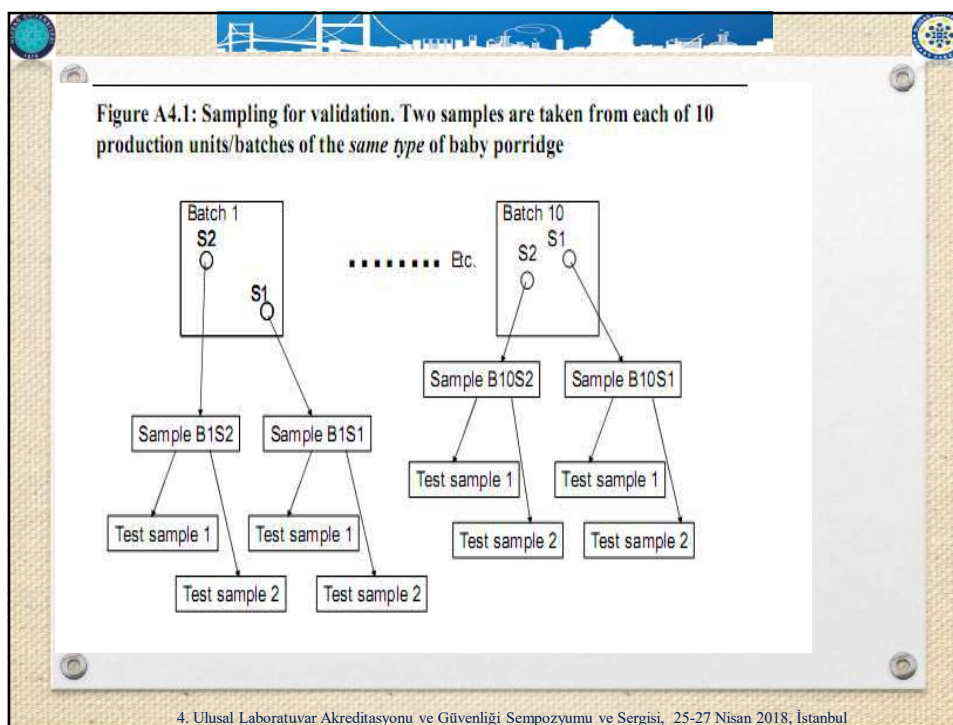
Table A3.8: Results and range calculations for the validation study, dissolved iron, basic data in bold, symbols used to describe calculations only (*T*: target, *S*: sample, *A*: analysis, *R*: absolute differences, *r*: relative differences, *n*: numbers)

| Well number | | | | | $\bar{S} = \frac{S1 + S2}{2}$ | |
|----------------|--|--------------------------------------|---------------------------|---------------------|--|--|
| 99.474 | | | | | 0.864 | |
| 99.468 | | | | | 1.88 | |
| 99.469 | | | | | 1.73 | |
| 99.916 | | | | | 2.73 | |
| 99.327 | | | | | 1.62 | |
| 99.371 | | | | | 1.51 | |
| | | | | | $\sum \bar{S} = 10.32$ | |
| | | | | | $n_r = 6$ | |
| | | | | | | |
| | | | | | | |
| Between-target | $S_{T-S-A} = \frac{\sum \bar{S}}{n_r}$ | $S_{T-S-A} = \frac{10.32}{6} = 1.72$ | $S_{T-S-A} = T - \bar{S}$ | $S_{T-S-A} = 0.604$ | $CV_{T-S-A} = \frac{S_{T-S-A}}{S_{T-S-A}} \cdot 100$ | $CV_{T-S-A} = \frac{0.604}{1.72} \cdot 100 = 35.1$ |
| | | | | | $CV_T = \sqrt{CV_{T-S-A}^2 + \frac{CV_{S-A}^2}{2}}$ | $CV_T = \sqrt{35.1^2 + \frac{5.17^2}{2}} = 34.9$ |

Örnek 2. A.4

| Ölçülen Büyüklük | | | | Belirsizlik Tahminlenmesi | |
|------------------|----------|---------------------------|---------------------|---------------------------|-----------------|
| Analit ve teknik | Birim | Alan/matriks | Numune alınan hedef | Yöntem | İstatistik |
| Vitamin A (HPLC) | µg/100 g | Meyve içeren bebek gıdası | Son ürün partisi | Paralel numune | Tek Yönlü ANOVA |

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul



Calculation of uncertainty of analyses, one-way ANOVA, test sample 40 g

ANOVA calculations – uncertainty of analyses - sum of squares of differences, within groups

Table A3:15 Calculation example demonstrating the use of ANOVA for calculating standard deviation of analysis from duplicate samples and duplicate analyses. Duplicate 40 g samples (S1 and S2) were taken from 10 batches of baby porridge and analysed for vitamin A ($\mu\text{g}/100\text{ g}$) in duplicate (A1 and A2) and calculations done as follows:

| S1A1 | S1A2 | S2A1 | S2A2 | S1 $\bar{x}_{i1} = \frac{x_{i11} + x_{i12}}{2}$ | S2 $\bar{x}_{i2} = \frac{x_{i21} + x_{i22}}{2}$ | S1 ¹³ $ x_{i11} - \bar{x}_{i1} = x_{i12} - \bar{x}_{i1} $ $= D_{i1(\bar{x})}$ | S2 ¹³ $ x_{i21} - \bar{x}_{i2} = x_{i22} - \bar{x}_{i2} $ $= D_{i2(\bar{x})}$ |
|---|-----------|-----------|-----------|---|--|--|--|
| x_{i11} | x_{i12} | x_{i21} | x_{i22} | \bar{x}_{i1} | \bar{x}_{i2} | $2 * D_{i1(\bar{x})}^2$ | $2 * D_{i2(\bar{x})}^2$ |
| 402 | 325 | 361 | 351 | 363.5 | 356 | 2964.5 | 50 |
| 382 | 319 | 349 | 362 | 350.5 | 355.5 | 1984.5 | 84.5 |
| 332 | 291 | 397 | 348 | 311.5 | 372.5 | 840.5 | 1200.5 |
| 280 | 278 | 358 | 321 | 279 | 339.5 | 2 | 684.5 |
| 370 | 409 | 378 | 460 | 389.5 | 419 | 760.5 | 3362 |
| 344 | 318 | 381 | 392 | 331 | 386.5 | 338 | 60.5 |
| 297 | 333 | 341 | 315 | 315 | 328 | 648 | 338 |
| 336 | 320 | 292 | 306 | 328 | 299 | 128 | 98 |
| 372 | 353 | 332 | 337 | 362.5 | 334.5 | 180.5 | 12.5 |
| 407 | 361 | 322 | 382 | 384 | 352 | 1058 | 1800 |
| $\bar{X} = 347.9$ | | | | $SS_{E\text{-analysis}} = 2 * \sum_{i=1}^{10} [D_{i1(\bar{x})}^2 + D_{i2(\bar{x})}^2] = 16595$ | | | |
| ¹⁴) $df_{\text{analysis}} = (10 * 2 * 2 - 10 * 2) = 20$ | | | | $V_{\text{analysis}} = SS_{E\text{-analysis}} / df_{\text{analysis}} = 16595 / 20 = 829.75$ | | | |
| $s_{\text{analysis}} = \sqrt{V_{\text{analysis}}} = \sqrt{829.75} = 28.8$ | | | | $RSD_{\text{analysis}} = \frac{s_{\text{analysis}}}{\bar{X}} * 100\% = \frac{28.8}{347.9} * 100\% = 8.28\%$ | | | |

Table A4.14: ANOVA calculations – uncertainty of analyses – sum of squares of differences, within groups (SS-Error)

| Sample | Analyses ($\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$) | | Mean value – each sample ($\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$) | Squares of differences – within groups ($\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$) ² |
|--|--|---|--|---|
| | A1 = x_{i1} = x_{i1} | A2 = x_{i2} = x_{i2} | $\bar{x}_i = (x_{i1} + x_{i2})/2$ | $(x_{i1} - \bar{x}_i)^2$ |
| B1-S1 | 402 | 325 | 363,5 | 1482,25 |
| B2-S1 | 382 | 319 | 350,5 | 992,25 |
| B3-S1 | 332 | 291 | 311,5 | 420,25 |
| B4-S1 | 280 | 278 | 279 | 1 |
| B5-S1 | 370 | 409 | 389,5 | 380,25 |
| B6-S1 | 344 | 318 | 331 | 169 |
| B7-S1 | 297 | 333 | 315 | 324 |
| B8-S1 | 336 | 320 | 328 | 64 |
| B9-S1 | 372 | 353 | 362,5 | 90,25 |
| B10-S1 | 407 | 361 | 384 | 529 |
| B1-S2 | 361 | 351 | 356 | 25 |
| B2-S2 | 349 | 362 | 355,5 | 42,25 |
| B3-S2 | 397 | 348 | 372,5 | 600,25 |
| B4-S2 | 358 | 321 | 339,5 | 342,25 |
| B5-S2 | 378 | 460 | 419 | 1681 |
| B6-S2 | 381 | 392 | 386,5 | 30,25 |
| B7-S2 | 341 | 315 | 328 | 169 |
| B8-S2 | 292 | 306 | 299 | 49 |
| B9-S2 | 332 | 337 | 334,5 | 6,25 |
| B10-S2 | 322 | 382 | 352 | 900 |
| Mean value of measurements: $\bar{X}_A = 1/20 * \sum_{i=1}^{20} \bar{x}_i = 347,85 \mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$ | | | ² SS-Error (SS _E): $-\sum_{i=1}^{20} [(x_{i1} - \bar{x}_i)^2 + (x_{i2} - \bar{x}_i)^2] = \sum_{i=1}^{20} 2 * (x_{i1} - \bar{x}_i)^2$ | |
| SS _E ($\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$) ² | Degrees of freedom (df) (N*2-N)=20 | Variance = SS _E /df ($\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$) ² | Standard deviation, SD _{max} = $\sqrt{\text{SS}_E/\text{df}}$ ($\mu\text{g } 100 \text{ g}^{-1}$) | Relative standard deviation RSD _{max} (%) = (SD / \bar{X}_A) * 100% |
| 76595 | 20 | 829,75 | 28,80538 | 8,280978 |

► Her çift test numunesi analizinden CV_A hesaplanması için grup içi hatalar karesi hesaplanır

$$(x_{i1} - \bar{x}_i)^2 = (x_{i2} - \bar{x}_i)^2 \Rightarrow \text{SS}_E = \sum_{i=1}^{20} [(x_{i1} - \bar{x}_i)^2 + (x_{i2} - \bar{x}_i)^2] = 2 \sum_{i=1}^{20} (x_{i1} - \bar{x}_i)^2$$

Table A.4.15: ANOVA calculations – uncertainty of sampling – sum of squares of differences

| \bar{x}_i | S1A1= x_{i1} | S1A2= x_{i2} | S2A1= x_{i3} | S2A2= x_{i4} | \bar{x}_i | $\left(\frac{x_{i1} + x_{i2}}{2} - \bar{x}_i\right)^2$ | $\left(\frac{x_{i3} + x_{i4}}{2} - \bar{x}_i\right)^2$ |
|-------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-------------|--|--|
| 402 | 325 | 361 | 351 | 359,75 | 359,75 | 14,0625 | 14,0625 |
| 382 | 319 | 369 | 362 | 353 | 353 | 6,25 | 6,25 |
| 332 | 291 | 397 | 348 | 342 | 342 | 930,25 | 930,25 |
| 280 | 278 | 358 | 321 | 309,25 | 309,25 | 915,0625 | 915,0625 |
| 370 | 409 | 378 | 460 | 404,25 | 404,25 | 217,5625 | 217,5625 |
| 344 | 318 | 381 | 392 | 358,75 | 358,75 | 770,0625 | 770,0625 |
| 297 | 333 | 341 | 315 | 321,5 | 321,5 | 42,25 | 42,25 |
| 336 | 320 | 292 | 306 | 313,5 | 313,5 | 210,25 | 210,25 |
| 372 | 353 | 332 | 337 | 348,5 | 348,5 | 196 | 196 |
| 407 | 361 | 322 | 382 | 368 | 368 | 256 | 256 |

$$SS_{\text{Sampling}} = \sum_{i=1}^{10} \left[\left(\frac{x_{i1} + x_{i2}}{2} - \bar{x}_i \right)^2 + \left(\frac{x_{i3} + x_{i4}}{2} - \bar{x}_i \right)^2 \right]$$

$$= \sum_{i=1}^{10} \left[2 \cdot \left(\frac{x_{i1} + x_{i2}}{2} - \bar{x}_i \right)^2 + 2 \cdot \left(\frac{x_{i3} + x_{i4}}{2} - \bar{x}_i \right)^2 \right] = 14231$$

| | |
|---|---|
| Mean value of all measurements $\bar{x} = 347,85$ | $RSD_{\text{Sampling}}(\%) = (SD_{\text{Sampling}} / \bar{x}) * 100\% = 4,95\%$ |
| $SSE_{\text{Total}} = 16595$ (see Table A4.14) | $df_N = 10$ (see table note) |
| Variance $V_{\text{Sampling}} = (SS_N / df_N - SS_A / df_A) / 2$ $= (14231 / 10 - 16595 / 20) / 2 = 296,675$ | $df_A = 20$ (see Table A.4.14) |
| | $SD_{\text{Sampling}} = \sqrt{V_{\text{Sampling}}} = 17,224$ |

Notes on Table A.4.15:

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliđi Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

NUMUNE ALMA BELİRSİZLİĞİNİN SEBEPLERİ

- Numune alma yöntemi (rastgele, sistematik vs)
- Bir partideki analitin dağılımı
- Birincil numuneler arasındaki heterojenlik
- Numune alma sırasındaki analit kaybı
- Bulaşma
- Numune alma sorumluları arasındaki uygulama farklılıkları
 - ✓ Bazı numune alma protokolleri numunenin alınacağı zaman ve yer bilgi detaylarını çok vermediğinden numune alma sorumlularına bağılı deđişkenlikler söz konusu olabilir
- Alınan numunenin vaktinde laboratuvara ulaşmaması ve depolama sırasında oluşan analit kayıpları
- Numunenin laboratuvara ulaşana kadar geçen sürede fiziksel (kırılma, yoğunlaşma, buharlaşma) ve kimyasal deđişimlerinden kaynaklı analitte oluşan deđişimler
- Numunelerin fiziksel durumu (sıvı, katı, gaz)
- Numune sıcaklığı ve basıncı

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliđi Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

**NUMUNE ALMA VE LABORATUVARDA
NUMUNE HAZIRLAMA İŞLEMLERİNİN
TOPLAM ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİNE KATKISI:
Örnek Vaka: Pestisit Kalıntı Analizleri**

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

Bulaşan ve Kalıntı Analizlerinde Numune Alma Belirsizliği

- Topraktaki ağır metallerin saptanması için gerçekleştirilen analizde alınan numune alma belirsizliğinin tek bir numune alma operatörü gerçekleştirdiğinde 60.8% olduğu; iki farklı operatör gerçekleştirdiğinde %85.8 olduğu yapılan çalışmalarla ortaya konulmuştur (*Ramsey et al., 1992; Ramsey et al., 1995; Ramsey, 1997; Ramsey, 2002; Squire et al. 2000*)
- Aflatoksin analizlerinde de analizin toplam varyansına en büyük etkinin numune alma aşamasından geldiği raporlanmıştır (*Miraglia et al., 2005; Macarthur et al., 2006; Park et al., 2007; Vargas et al., 2006; Whitaker, 2006; Whitaker et al., 2006; Whitaker et al., 2007a; Whitaker et al., 2007b; Whitaker et al., 2007c*).
- TUBİTAK- Gıda Enstitüsü tarafından fındıklarda bulunan aflatoksin miktarı analizinde toplam varyansın %90'ından fazlasının numune alma aşamasından kaynaklandığı yapılan çalışmalarla ortaya konulmuştur (*Ozay et al., 2006; Ozay et al., 2007*).

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

Pestisit Kalıntılarında Numune Alma Belirsizliği
(Bir tarladan alınan paçal numuneler)
(20 000 üstünde veri incelenmiştir; Farkas vd 2014; Ambrus 2009)

- Orta ve büyük ebatlı ürünler ($n \leq 250$ g, elma, portakal): %25 ($n=10$)
- Büyük ebatlı ürünler ($n > 250$ g, lahana vb): %33 ($n=5$)
- Kök sebzeler (havuç): %19
- Yeşil yapraklı sebzeler ($n > 250$ g, marul, maydanoz vb): %20 ($n=5$)

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

Bir tarladan alınan lahanalardaki chlorpyrifos-methyl kalıntılarının dağılımı

Paçal numunedeki birincil numune sayısı arttıkça numune alma belirsizliği azalır, dolayısıyla yasal olarak belirtilen sayıdaki birincil numuneler paçal numuneyi oluşturmalıdır

$$S_n = \frac{S_f}{\sqrt{n}}$$

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul


***Pestisit Kalıntılarında Numune Alma Belirsizliği
(Farklı tarlalardan alınan paçal numuneler)***

- Farklı tarlalardan alınan ama aynı iyi tarım uygulamaları uygulanan paçal numuneler arasındaki varyasyon 80-120% olarak değişir
- Buda zaten yasal olarak da istenmeyen farklı partilerden alınarak oluşturulan paçal numunelerin kaçınılması gerektiğinin kanıtıdır
- Bu varyasyon kendinden çok düşük kalıntı seviyesine sahip partilerin birbirleriyle karıştırılmasıyla paçal numunede bir seyreltemeye sebep olacağını ve uygun olmayan MRL seviyesinin tespit edilemeyeceği sonucunu da doğurabilir

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

NUMUNE HAZIRLAMA

- Bir partiyi temsilen alınan paçal numunelerden laboratuvar numunesi hazırlanır
- Laboratuvar numunesi laboratuvara analiz için gönderilen numunedir
- Pestisit kalıntı analizlerinde MRL uyum analizi:
 - ✓ Numune hazırlama, numuneye yapışan taş, toprak parçalarının ayrılmasını, lahana ve marul gibi yapraklı sebzelerin yapışmış dış yapraklarının ayrılmasını içerir
 - ✓ Kabuklar soyulmaz
 - ✓ Bazı çekirdeği sert meyvelerde çekirdek çıkarılır ancak ağırlığı kaydedilip toplam numune ağırlığı olarak sonuçlara katkısı sağlanır
 - ✓ MRL ürünün yenilen ve yenilmeyen tüm kısımlarına uygulanır
- Toksikolojik çalışmalarda ürünün yenilebilen kısımları analiz edilir

→ 

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

Pestisitlerin Ürün İçindeki Dağılımı

- Pestisitler ürün içinde homojen bir şekilde dağılmazlar
- Yapılan çalışmalar kabuk soyma işleminin toplam pestisit oranında %47-95% oranında azalma meydana getirdiğini ortaya koymuştur
- Dolayısıyla laboratuvarında çalışan analizler kullanacağı numune hazırlama metodunu çok doğru seçmelidir
- Aksi halde analiz sonuçları yanlış yorumlanabilir
- Pestisit kalıntılarının daha çok kabukta birikmesi (farklı durumlarda olabilir) nedeniyle numune işleme sırasında ürün boyutunun min 2-3 mm boyutuna indirilmesi ve kabuklarında analitik kısım içinde homojen bir şekilde dağılmasına dikkat edilmelidir
- Ayrıca toksikoloji diyet çalışmalarında kabuk soyma işlemi dikkatlice yapılmalı ve kabuktan pulp'a bulaşma olmaması sağlanmalıdır (*Yolci Omeroglu vd.2014*)

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

NUMUNE BOYUTUNUN KÜÇÜLTÜLMESİ

- Büyük ebatlı taze ürünler, birimler genellikle > 250 g
- Laboratuvar numunesinin minimum boyutu



2 kg (ve en az 5 birim)

Problemlerin başladığı nokta




Lahana 4-5 kg/birim



Papaya 1-2 kg



Ekmek ağacı meyvesi
4-50 kg /birim



Karpuz 5-10 kg /birim

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

Yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlara göre pestisit kalıntısı ürün üstünde de homojen bir şekilde dağılmıyor (Yolci Omeroglu vd. 2013a)

- Laboratuvar numunesinin paçal numuneyi temsil edebilmesi için tamamının işlenmesi parçalanması gerekmektedir
- Ancak laboratuvarlarda bu kadar numuneyi parçalayacak ekipman olması imkansızdır
- Bu nedenle laboratuvar numunesinden olan her bir birim üründen en az bir segment alınarak numune parçalama işlemi gerçekleştirilmelidir
- Dolayısıyla segmentlere ayırma işleminden doğan belirsizlikte hesaba katılmalıdır
- Yapılan çalışmada ekmek meyvesi ve salatalıklıların laboratuvar numunesinin her bir biriminden dikey olarak bir segment alıp numune işleme gerçekleştirilirse bu aşamadan gelen standart belirsizlik (CV) %17 ve %21 olarak eğer hasat sonrası pestisit uygulanmış papayadan alınırsa %7 olarak elde edilir

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

NUMUNE İŞLENMESİ

- Numune işleme aşaması analitik numunenin pestisit kalıntılarını homojen bir şekilde içerecek şekilde öğütülmesi ve karıştırılmasından oluşur
- Numune işlenmesi için çok çeşitli parçalayıcılar, öğütücüler kullanılır

Homojen analitik kısımların elde edilmesi

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

➤ Kolaboratif çalışmalar sırasında veya yeterlilik test çalışmalarında kullanılan numunenin homojenliği test edilmiştir. Laboratuvarlarda kullanılan geri kazanım çalışmalarında genellikle ekstraksiyon öncesi spike edilir. Dolayısıyla bu tarz çalışmalarla numune işleme sırasında oluşan analit kaybı yada homojenliğinin değerlendirilmez dolayısıyla bu aşamadan kaynaklı belirsizlik hesaplanamaz

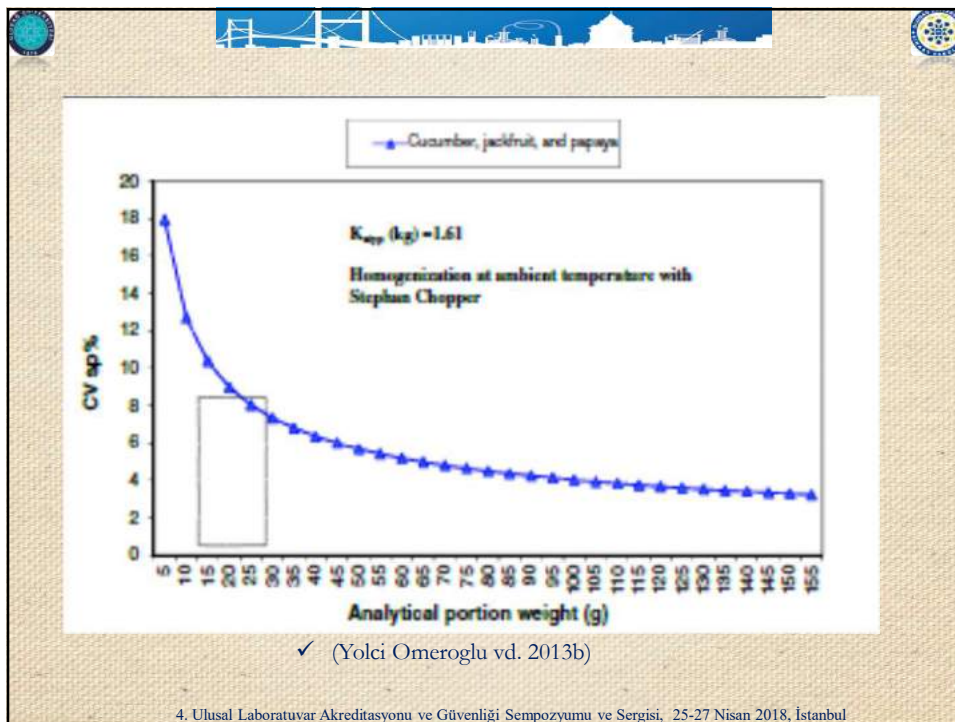
➤ Numune işleme aşamasından kaynaklanan belirsizliğin hesaplama yöntemi

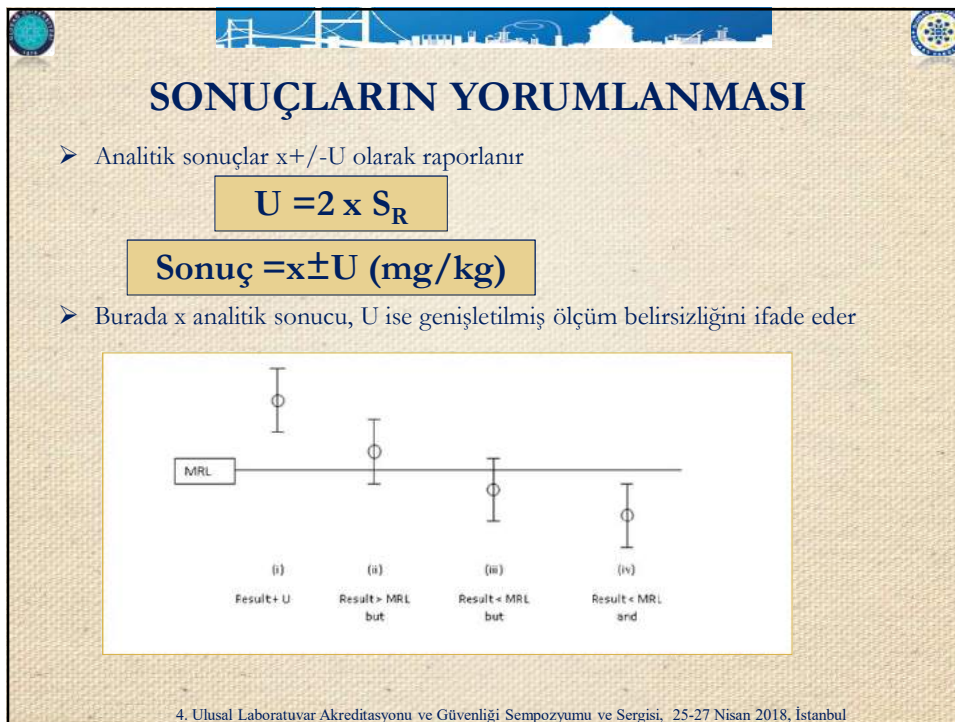
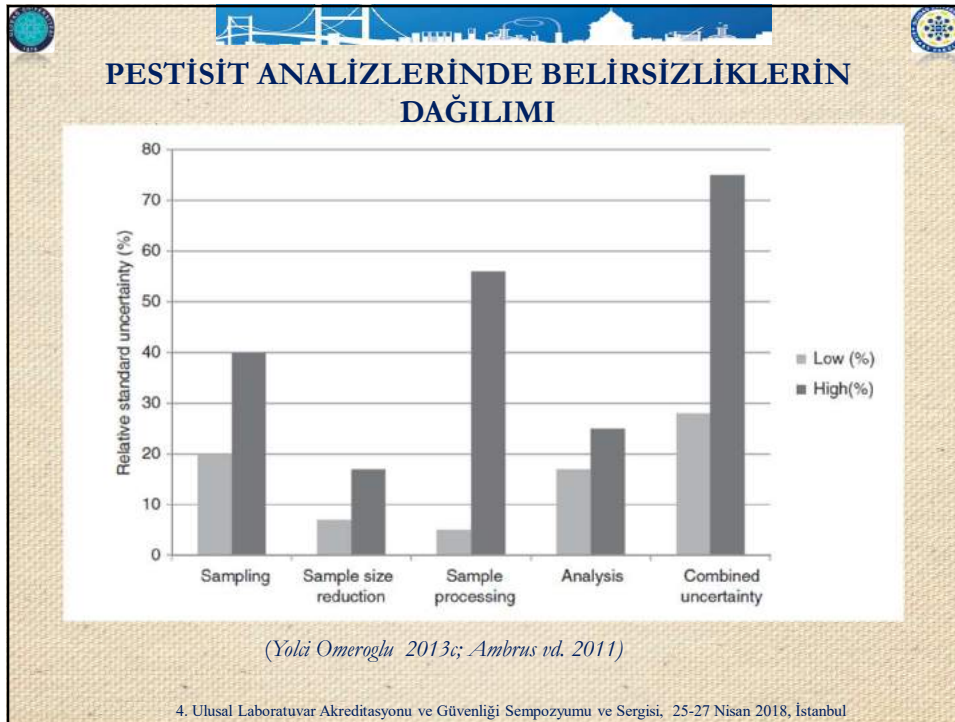
- ✓ Paralel analitik kısımlar alınıp analizler yapılır. Paralel numuneler arasındaki varyasyon numune işleme ve analiz aşamalarının toplam belirsizliğini verir
- ✓ Numune alma sabiti ($K=W \times CV^2$, kg) (Yolci Omeroglu vd. 2013b)

➤ Yapılan çalışmalarda, numune işleme için mutfak el öğütücüleri kullanılır ve sırasıyla 5,30, 50 g analitik kısım alınırsa numune işleme belirsizliğinin %56, 23% ve 18% olarak raporlanmıştır (Ambrus vd. 1996)

➤ Ancak Stephan Chopper gibi güçlü parçalayıcılar kullanılır ve yaklaşık 30 g analitik numune alınırsa matrikse bağlı olmakla beraber CV max.10% elde edilebilmektedir

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul





Mevzuattaki Durum (AB , Türkiye)

- Hedef standart ölçüm belirsizliği %25'dir, genişletilmiş olarak ise %50'dir
- Laboratuvar bu değeri kullanmadan önce laboratuvardaki toplam belirsizliklerinin bu değer altında olduğunu kanıtlamalıdır
- Analitik sonucun yasal limitlere uygunluk değerlendirmesi, analiz sonucundan ölçüm belirsizliğinin çıkarılmasıyla ($x - U$) elde edilen sonuca göre yapılır.
 - ✓ Ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitlere uyuyorsa kabul edilir.
 - ✓ Ölçüm belirsizliği hesaba katılarak elde edilen laboratuvar numunesi analiz sonucu, maksimum limitleri aşuyorsa reddedilir
 - ✓ Sadece durum i reddedilir, ii, iii, iv kabul edilir

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

ÖNEMLİ HUSUSLAR

- EU tarafından belirlenen bu genişletilmiş belirsizlik deneyi çok iyi homojenize edilmiş numunelerin analiz edildiği geniş katılımlı yeterlilik analiz sonuçlarından elde edilmiştir
- Laboratuvara gelen numune büyüklüğü mutlaka yasalarda belirtildiği kadar olmalıdır
- Laboratuvarda büyük ebatlı ürünler segmentlerine ayrılarak homojen edilecekse, bu aşamanın belirsizliği de katılmalıdır
- Ayrıca laboratuvara gelen rutin numunelerden seçmenlere ayrılma aşamasından itibaren paralel alt numuneler alınarak homojen edilmeli ve paralel analitik kısım alınarak analiz edilmelidir. Bu çalışma 10 farklı zamanda tekrarlanırsa laboratuvarın (CV_1) yaklaşık rölatif standart belirsizliği hakkında veri toplanır
- 5 g gibi miktarı az analitik kısımların alındığı analiz yöntemlerinde numune işleminin homojenizasyonun etkinliği kanıtlanmalıdır ve bu aşamanın belirsizliği mak. %10 (CV) standart rölatif belirsizlik olmalıdır

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

ÖNEMLİ HUSUSLAR

- Eğer laboratuvarın analiz yaptığı numune ithalat, piyasadan alınan numune ise analiz sonuçları değerlendirilirken laboratuvar rölatif standart belirsizliği (CV_L) dikkate alınmalıdır. Numune alma belirsizliği dikkate **alınmamalıdır**. Çünkü yasalarda MRL laboratuvara gelen numuneye uygunluğu ile karşılaştırılır
- Ancak analizi yapılan numune piyasaya sunulmadan önce yapılan bir kontrol analizi ise veya ithalat numunesi ise ölçüm sonuçları değerlendirilirken laboratuvar standart rölatif belirsizliğine numune alma belirsizliği katılmalı ve analiz sonucu böyle değerlendirilmelidir. Aksi halde bu parti diğer yasal kurumlar/taflar tarafından tekrar numune alınıp analiz yaptırırsa pestisitlerin bir parti içindeki heterojen dağılımından dolayı çok farklı sonuçlar elde edilebilir




$$S_R = \sqrt{(S_S)^2 + (S_L)^2}$$

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

ÖNEMLİ HUSUSLAR

(Ambrus vd. 2014)



4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul

REFERANSLAR

- ✓ Codex Alimentarius Commission (CAC) (1999) Recommended methods of sampling for the determination of pesticide residues for compliance with MRLs. CAC/GL 33.
- ✓ European Commission (EC) (2002) Commission Directive 2002/63/EC of 11 July 2002 establishing Community methods of sampling for the official control of pesticide residues in and on products of plant and animal origin and repealing Directive 79/700/EEC. OJ L 187: 30-45.
- ✓ TGK (2011) Türk Gıda Kodeksi Gıdalarda Pestisit Kalıntılarının Resmî Kontrolü için Numune Alma Metotları Tebliği 2011/34.
- ✓ Ramsey MH, Ellison SLR (2007) Eurachem/EUROLAB/ CITAC/Nordtest/AMC Guide: Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches. 1st Edition. Eurachem.
- ✓ International Standard Organization (ISO) (2005) ISO 11648-1 Statistical aspects of sampling from bulk materials-Part 1: General principles.
- ✓ Lyn JA, Ramsey MH, Coad DS, Damant AP, Wood R, Boon KA (2007) The duplicate method of uncertainty estimation: are eight targets enough. Analyst 132 (11): 1147-1152.
- ✓ Ambrus A, Solmosne AM, Korsos I (1996) Estimation of uncertainty of sample preparation for the analysis of pesticide residues. J Environ Sci Health B 31 (3): 443-450.
- ✓ Ambrus A, Soboleva E (2004) Contribution of sampling to the variability of pesticide residue data. J AOAC Int. 87 (6):1368-1379.
- ✓ Horváth A, Ambrus A, Mészáros L, Braun S (2014) Characterization of distribution of pesticide residues in crop units. J Environ Sci Health B 48: 615-625
- ✓ Farkas Z, Horvá Z, Kerekesi K, Ambrus A, Hamos H, Szabo M (2014) Estimation of sampling uncertainty for pesticide residues in root vegetables J Environ Sci Health B 49: 1-14
- ✓ Ambrus A (2009) Estimation of sampling uncertainty for determination of pesticide residues in plant commodities. J Environ Sci Health B 44 (7): 627- 639.
- ✓ Yolci Omeroglu, P., Ambrus, A., Boyacioglu, D., Mazjik, E.S. 2014. A Case Study to Assess the Sample Preparation Error in Pesticide Residue Analysis. *Food Analytical Method* (DOI) 10.1007/s12161-014-9913-8
- ✓ Yolci Omeroglu, P., Ambrus, A., Boyacioglu, D., Mazjik, E.S. 2013a. Uncertainty of sample size reduction step in pesticide residue analysis of large size crops. *Food Additives and Contaminants Part A* 30 (1): 116-126 (SCI) (DOI:10.1080/19440049.2012.728720)
- ✓ Yolci Omeroglu, P., Ambrus, A., Boyacioglu, D. 2013b. Estimation of Sample Processing Uncertainty of Large Size Crops in Pesticide Residue Analysis. *Food Analytical Methods* 6 (1) : 238-247 / DOI: 10.1007/s12161-012-9436-0 (SCI)
- ✓ Yolci Omeroglu, P., Ambrus, A., Boyacioglu, D. 2013c. Estimation of the uncertainties of extraction and clean-up steps in pesticide residue analysis of plant commodities. *Food Additives and Contaminants Part A* 30 (2): 308-320 (DOI:10.1080/19440049.2012.746475) (SCI) (DOI:10.1080/19440049.2012.746475) (SCI)
- ✓ Yolci Omeroglu, P., Boyacioglu, D., Ambrus, A., Karaali, A. Saner, S. 2012. An overview on steps of pesticide residue analysis and contribution of the individual steps to the measurement uncertainty. *Food Analytical Methods* 5:1469-1480 (SCI) (DOI: 10.1007/s12161-012-9396-4)
- ✓ Yolci Omeroglu, P (2010) Uncertainty estimation in individual steps of pesticide residue analysis. Phd Thesis, Istanbul Technical University
- ✓ Ambrus, A, Farkas Z, Horvat Z, Kerekes K (2014) Sampling commodity goods and interpretation of the compliance with maximum limits from the producer/exporter and component authority/importer sides (2014). Joint IAM/MoniQA Training Workshop, 2 Marh 2014 Budapest
- ✓ Ambrus A, Zentai A, Salt J, Ficzere I. 2011. Hidden contributors to uncertainty and accuracy of results of residue analysis. *Accred Qual Assur.* 16: 3-11.

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliđi Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul


TEŞEKKÜRLER!!!!!!!

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliđi Sempozyumu ve Sergisi, 25-27 Nisan 2018, İstanbul



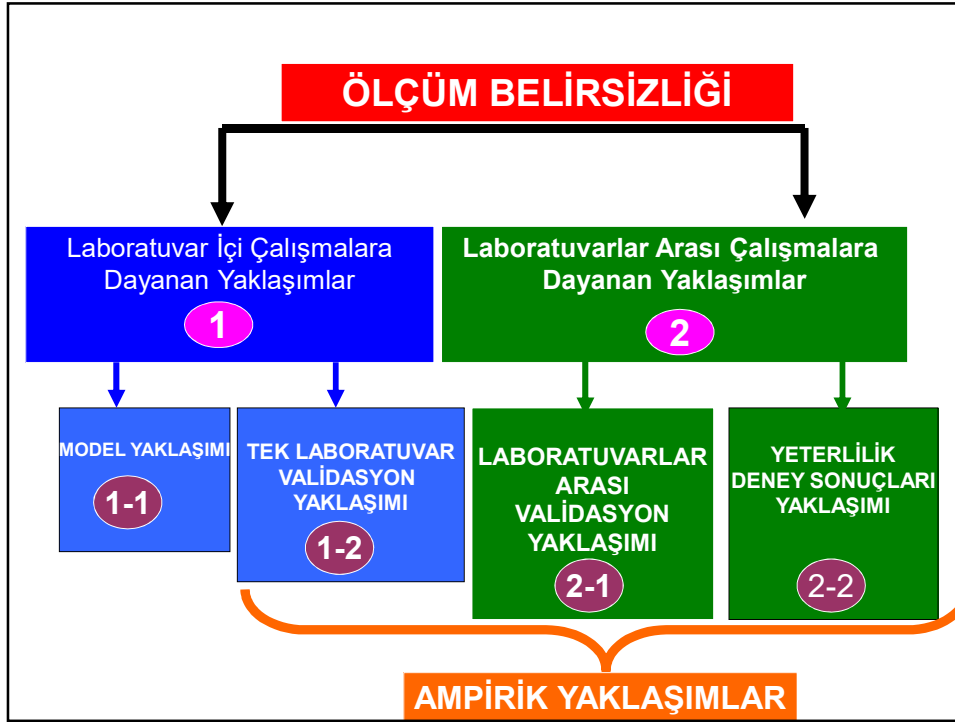
IV. ULAG

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ HESAPLAMA METOTLARI VE HESAPLAMALARDA YAPILAN HATALAR

Taylan Çoruh

BELİRSİZLİK HESAPLARINA İKİ YAKLAŞIM

- **Aşağıdan Yukarı/ Tümdengelim
(Bottom-Up)**
- **Yukardan Aşağı/Tüme Varım
(Top-Down)**



ÖNEMLİ BİLGİ

Hangi ölçüm belirsizliği metodunun kullanılacağına laboratuvarlar karar verir. Öncelikli olarak deney metodunda veya yasal otorite tarafından ölçüm belirsizliği değerinin veya ölçüm belirsizliği hesap yönteminin verilip verilmediğine bakılmalıdır. Bu tip yönlendirmeler varsa laboratuvarlar en azından ve öncelikli olarak buna uymalıdır.

Deney metodunda böyle bir bilginin olmaması durumunda laboratuvarlar kendi deney alanları ile ilgili genel uygulamaları ve elindeki veri havuzunu değerlendirerek uygun gördüğü bir metotla ölçüm belirsizliği yapabilir. Genel olarak tüm ölçüm belirsizliği metotlarının geçerli olduğu, hiç birinin diğerlerine üstün olmadığı bilinmelidir. Ayrıca, her yöntemin zayıf ve kuvvetli yönleri olduğu farkı ölçüm belirsizliği metotlarından farklı ölçüm belirsizliği değerleri bulunabileceği unutulmamalıdır.

Bu bağlamda denetçilerin ölçüm belirsizliği ile ilgili başarılı bir denetim yapabilmesi için tüm ölçüm belirsizliği metotlarını ve bu metotlardaki olası hata kaynaklarını bilmesi gerekir.

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 | 0,000001 | 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 |

TÜM ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ METOTLARI İÇİN YAPILAN GENEL HATALAR

Ölçüm belirsizliği hesaplanırken;

- 1) Matris Farklılıkları Dikkate Alınmaması.
- 2) Ölçüm Aralığının/Deney Seviyesinin Dikkate Alınması
Gereken Durumlarda Bunun Göz Ardı Edilerek Tek bir Seviyede Ölçüm Belirsizliği Hesaplanması ve Bu Hesabın Tüm Aralık İçin Kullanılması
 - a) Düşük Seviye : LOD&LOQ Civarı-Yasal Değer.
 - b) Orta Seviye : Ölçüm Aralığının % 50 si
 - c) Yüksek seviye: Ölçülebilen en büyük değer

EN AZ 3 DEĞİŞİK SEVİYE

3) TS EN ISO 17025 standardının Madde 5.4.6.2 Not:2 ve EA 4-16 dokümanının 3. Bölüm (Policy Statement) 6. Maddesinin yorumlanamaması veya anlaşılabilmesi üzerine gereksiz ölçüm belirsizliği hesaplamalarına gidilmesidir.

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

ISO 17025-2017

NOTE 1 In those cases where a well-recognized test method specifies limits to the values of the major sources of measurement uncertainty and specifies the form of presentation of the calculated results, the laboratory is considered to have satisfied 7.6.3 by following the test method and reporting instructions.

NOTE 2 For a particular method where the measurement uncertainty of the results has been established and verified, there is no need to evaluate measurement uncertainty for each result if the laboratory can demonstrate that the identified critical influencing factors are under control.

1) MATRİKS FARKLILIKLARI

Ölçüm belirsizlikleri farklı matrisler için genellikle farklı olur. Metot farklı matrisleri kapsıyorsa tüm matrisler için ölçüm belirsizliği hesapları her matris için ayrı ayrı yapılmalıdır.

Matriks deęişimi ile ölçüm belirsizliklerinin deęişip deęişmedięini anlamak için metodun verilmiş olan kesinlik verilerine bakılır. Uyarlık verileri (uyarlık veya uyarlık standart sapması gibi) deęerlendirilir.

Standart sapmalar matriks ile deęişiyorsa ölçüm belirsizlikleri her bir matriks için ayrı ayrı hesaplanmalıdır.

Metotların arkasında kesinlik verileri yer almıyorsa veya laboratuvar içi metot kullanılıyorsa kesinlik verileri laboratuvar içinde yapılan çalışmalar ile bulunmalı ona göre karar verilmelidir.

2) ÖLÇÜM ARALIęI/DENEY SEVİYELERİ

Ölçüm aralıęı deęişimi ile ölçüm belirsizliklerinin deęişip deęişmedięini anlamak için metodun verilmiş olan kesinlik verilerine bakılır. Uyarlık verileri (uyarlık veya uyarlık standart sapması gibi) deęerlendirilerek ölçüm belirsizlięinin deęişik seviyelerde (örneğin konsantrasyonlarda) deęişip deęişmeyeceęine bakılır.

Metotların arkasında kesinlik verileri yer almıyorsa veya laboratuvar içi metot kullanılıyorsa kesinlik verileri laboratuvar içinde yapılan çalışmalar ile bulunarak karar verilmelidir.

TS EN ISO 2171
Temmuz 2010

ICS 67.060

**TAHILLAR, BAKLAGILLER VE YAN ÜRÜNLERİ -
YAKILARAK KÜL VERİMİNİN TAYINI**

Cereals, pulses and by-products - Determination of ash yield
by incineration

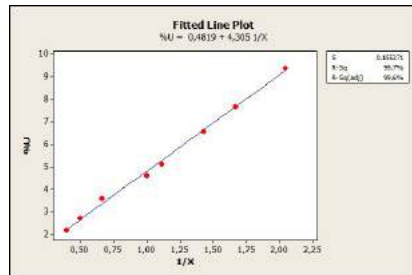
Annex B
(informative)

Practical application of repeatability and reproducibility limits

Table B.1

| Scope | Range of validity % by mass | Standard deviation of repeatability s_r | Repeatability limit $r = 2,8s_r$ | Intralaboratory critical difference CD_r | Standard deviation of reproducibility s_g | Reproducibility limit $R = 2,8s_g$ | Interlaboratory critical difference CD_g |
|-----------------|--------------------------------|--|-------------------------------------|---|--|---------------------------------------|---|
| Grain and flour | $0,49 < w_{a,c} \leq 1,00$ | 0,009 | 0,025 | 0,018 | 0,023 | 0,064 | 0,052 |
| | $1,00 < w_{a,c} \leq 2,53$ | 0,012 | 0,034 | 0,024 | 0,027 | 0,074 | 0,071 |

| KülMiktarı % | SR | RSDR | %RSDR | %Ugen. |
|--------------|-------|--------|-------|--------|
| 0,49 | 0,023 | 0,0469 | 4,69 | 9,4 |
| 0,6 | 0,023 | 0,0383 | 3,83 | 7,7 |
| 0,7 | 0,023 | 0,0329 | 3,29 | 6,6 |
| 0,9 | 0,023 | 0,0256 | 2,56 | 5,1 |
| 1 | 0,023 | 0,023 | 2,30 | 4,6 |
| 1,5 | 0,027 | 0,018 | 1,80 | 3,6 |
| 2 | 0,027 | 0,0135 | 1,35 | 2,7 |
| 2,5 | 0,027 | 0,0108 | 1,08 | 2,2 |



**Mutlak Belirsizlik Hemen Hemen
Aynı Bağlı Belirsizlik Farklı**

$$\%U = \frac{4,305}{X} + 0,4819$$

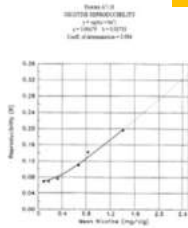
INTERNATIONAL
STANDARDISO
10315Cigarettes — Determination of nicotine in
smoke condensates —
Gas-chromatographic method

Table 1 — Estimates given by data analysis

| Mean value m_N mg per cigarette | Repeatability limit r mg per cigarette | Reproducibility limit R mg per cigarette |
|---|--|--|
| 0,091 | 0,040 | 0,069 |
| 0,179 | 0,046 | 0,069 |
| 0,326 | 0,050 | 0,076 |
| 0,673 | 0,077 | 0,109 |
| 0,835 | 0,079 | 0,142 |
| 1,412 | 0,107 | 0,195 |

| X | R | SR | %SR | %U |
|------|------|-------|--------|------|
| 0,09 | 0,07 | 0,025 | 27,080 | 54,2 |
| 0,18 | 0,07 | 0,025 | 13,767 | 27,5 |
| 0,33 | 0,08 | 0,027 | 8,326 | 16,7 |
| 0,67 | 0,11 | 0,039 | 5,784 | 11,6 |
| 0,84 | 0,14 | 0,051 | 6,074 | 12,1 |
| 1,41 | 0,2 | 0,070 | 4,932 | 9,9 |

Hem Mutlak Hem de Özellikle Bağlı
Belirsizlik Çok Farklı



$$y=R=\sqrt{0,01733x^2+0,004579}$$

Designation: D 92 – 02a

**Standard Test Method for
Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester¹**

14.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results, obtained by different operators working in different laboratories on identical material, would in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in one case in 20.

Flash point 18°C (32°F)
Fire point 14°C (25°F)

3 Deney Ortalaması İçin

| Sıcaklık(Derece) | R | SR | RSDR | U | %U |
|------------------|----|-----|------|----|----|
| 79 | 18 | 6,4 | 8,1 | 12 | 15 |
| 100 | 18 | 6,4 | 6,4 | 12 | 12 |
| 200 | 18 | 6,4 | 3,2 | 12 | 6 |
| 300 | 18 | 6,4 | 2,1 | 12 | 4 |
| 400 | 18 | 6,4 | 1,6 | 12 | 3 |

**Mutlak
Belirsizlik Aynı**

**Bağıl
Belirsizlik
Farklı**



Designation: D4239 – 12

Standard Test Method for
Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke Using High-
Temperature Tube Furnace Combustion¹

**Hem Mutlak Hem Bağıl Belirsizlik Farklı
Ancak Kendi İçlerinde Yakın**

**TABLE 2 Repeatability and Reproducibility for Infrared
Absorption Detection**

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

^Awhere \bar{X} is the average of two single test results.

| X(%) | r | Sr | R | SR | Uc=%CVR | U(%) |
|------|--------|--------|-------|------|---------|------|
| 0,5 | 0,035 | 0,0013 | 0,065 | 0,02 | 4,64 | 9,3 |
| 0,8 | 0,0425 | 0,0015 | 0,088 | 0,03 | 4,17 | 8,3 |
| 1 | 0,05 | 0,0018 | 0,11 | 0,04 | 3,93 | 7,9 |
| 2 | 0,08 | 0,0029 | 0,2 | 0,07 | 3,57 | 7,1 |
| 4 | 0,14 | 0,005 | 0,38 | 0,14 | 3,39 | 6,8 |
| 6 | 0,2 | 0,0071 | 0,56 | 0,2 | 3,33 | 6,7 |

TS EN 1097-2
Temmuz 2010

AGREGALARIN MEKANİK VE FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ İÇİN
DENEYLER BÖLÜM 2 : PARÇALANMA DİRENCİNİN TAYİNİ
İÇİN METOTLAR

Tests for mechanical and physical properties of aggregates -
Part 2: Methods for the determination of resistance to
fragmentation

1 Scope

This European Standard describes the reference method, the Los Angeles test, used for type testing and in case of dispute (and an alternative method, the impact test) for determining the resistance to fragmentation of coarse aggregates and aggregates for railway ballast (Annex A). For other purposes, in particular factory production control, other methods may be used provided that an appropriate working relationship with the reference method has been established.

E.2 Los Angeles test

Repeatability r_1 and reproducibility R_1 have been determined by a European cross testing program carried out on three levels of Los Angeles coefficients LA_1 , ranging from 8 to 37, by 28 laboratories as follows:

$$r_1 = 0,06 \times X$$

$$R_1 = 0,17 \times X$$

where

X represents the LA coefficient.

No precision data is given for aggregates for railway ballast.

Hem Mutlak Hem Bağıl Belirsizlik Aynı

| X | R | SR=R/2.8 | RSDR | %U=2.RSDR |
|----|------|-----------|------|-----------|
| 8 | 1,36 | 0,4857143 | 6,1 | 12 |
| 10 | 1,7 | 0,6071429 | 6,1 | 12 |
| 15 | 2,55 | 0,9107143 | 6,1 | 12 |
| 20 | 3,4 | 1,2142857 | 6,1 | 12 |
| 25 | 4,25 | 1,5178571 | 6,1 | 12 |
| 30 | 5,1 | 1,8214286 | 6,1 | 12 |
| 37 | 6,29 | 2,2464286 | 6,1 | 12 |

3) TS EN ISO 17025 standardının Madde 5.4.6.2 Not:2 ve EA 4-16 dokümanınının 3. Bölüm (Policy Statement) 6. Maddesinin yorumlanamaması veya anlaşılammaması üzerine gereksiz ölçüm belirsizliği hesaplamalarına gidilmesidir.

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.

EA guidelines
on the expression
of uncertainty
in quantitative testing

3. POLİTİKA BEYANI

ILAC-G17:2002 "ISO/IEC 17025 Standardının Uygulanması ile İlişkili Olarak Testlerde Ölçüm Belirsizliği Kavramına Giriş" belgesinden alıntı[15].

1. Ölçüm belirsizliği beyanı kıyaslama yapabilmek için yeterince bilgi içermelidir;
2. GUM ve ISO/IEC 17025 temel belgelerdir fakat sektöre özel yorumlar gerekebilir;
3. Şimdiye kadar sadece nicel testlerde ölçüm belirsizliği dikkate alınmıştır. Bilimsel camia nitel testlerin sonuçlarının ele alınması için de bir strateji geliştirilmelidir;
4. Temel gereklilik, belirsizliğin bütün olarak tahmini veya en büyük bileşenlerin tespitinden sonra bunların büyüklüğünün ve son olarak birleşik belirsizliğin tahmini olmalıdır;
5. Ölçüm belirsizliği tahmini için (kalite kontrol kartları, geçerli kalma, laboratuvarlar arası karşılaştırmalar, yeterlilik testleri, SRM, el kitapları gibi) mevcut deneysel veri kullanılmalıdır;
6. Standart test metodu kullanımında üç durum söz konusudur:

- belirsizlik değerlendirilmesi için yönlendirmeler içeren standart test metodu uygulandığında, test laboratuvarlarının standartta verilen belirsizlik değerlendirmesi prosedürünü kullanmaları beklenir²;
- test sonuçları için ölçüm belirsizliği verilmiş standart metod kullanıldığı zaman, deney metodu ile tam bir uyum gösterdiklerini ispatlamaları koşulu ile laboratuvarlar standartta verilen ölçüm belirsizliğini raporlayabilir;
- eğer standart kendi içinde dolaylı olarak ölçüm sonuçlarının belirsizliğini veriyorsa, başka bir şey yapmaya gerek yoktur².

Test laboratuvarlarının standartta ölçüm belirsizliği ile ilgili bilgiyi dikkate alması ve uygulamalarından başka bir şey beklenmez, yani ya standartta verilen sayı raporlanır ya da belirsizlik tahmini için önerilen prosedür takip edilir. Test metodlarını tanımlayan standartlar standardı hazırlayan kuruluş tarafından test sonuçlarının ölçüm belirsizliği ve tahmini yönünden gözden geçirilmeli ve güncellenmelidir.

EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN ISO 712

November 2009

ICS 67.060

English Version

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

9.6 Uncertainty

Uncertainty, $U_{0.95}$, 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

$$U_{0.95} = \pm 2 s_R = \pm 0,30$$

where s_R is the standard deviation of reproducibility.

EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN ISO 2171

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 % by mass | Standard deviation of repeatability s_r | Repeatability limit $r = 2,8s_r$ | Intralaboratory critical difference CD_L | Standard deviation of reproducibility s_R | Reproducibility limit $R = 2,8s_R$ | Interlaboratory critical difference CD_R |
|----------------|--------------------------------|--|-------------------------------------|---|--|---------------------------------------|---|
| Gran 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 imalatı 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 CS₂ 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 isobütül 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 laboratuvarında üçlü numuneler üzerinde 10 dakikalık numune alma süreleriyle yapılan 10 setlik analizlerin ortalama standard sapmasıdır. Ölçme sonuçlarının belirsizliği, U, A.1 eşiği kullanılarak hesaplanmıştır, burada t student t değeridir.

$$U = t_{n-1} \times S_R$$

(A.1)

INTERNATIONAL
STANDARD

ISO
13166

First edition
2014-09-01

Water quality — Uranium isotopes —
Test method using alpha-spectrometry

8.3 Standard uncertainty

In the particular case of the measurement of radionuclide by alpha-spectrometry, only the elementary uncertainties of the following parameters are retained:

- gross counts from measured uranium isotope and tracer;
- background counts per second from uranium isotope and tracer;
- tracer activity;
- volume of test sample.

The other uncertainties can be neglected to a first approximation (counting time, etc.).

According to ISO/IEC Guide 98-3^[4], combined uncertainty of c_A is calculated by:

$$u(c_A) = \sqrt{w^2 [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + c_A^2 u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right) + c_A^2 u_{rel}^2(w)} \quad (4)$$

where the uncertainty of the counting time is neglected and the standard uncertainty of w is calculated using Formula (5):

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(R) + u_{rel}^2(V) \quad (5)$$

The relative standard uncertainty in R is calculated using Formula (6):

$$u_{rel}^2(R) = u_{rel}^2(r_T - r_{0T}) + u_{rel}^2(A) = \left(\frac{r_T}{t_g} + \frac{r_{0T}}{t_0} \right) / (r_T - r_{0T})^2 + u_{rel}^2(A) \quad (6)$$

where $u_{rel}^2(A)$ includes all the uncertainties related to the tracer activity: the standard solution activity, preparation of the tracer solution; addition of the tracer solution to the sample; correction for interferences; etc.

For the calculation of the characteristic limits, $\hat{u}(\hat{c}_A)$, i.e. the combined uncertainty of c_A as a function of its true value (see also ISO 11929), is required, calculated by:

$$\hat{u}(\hat{c}_A) = \sqrt{w^2 \left[\left(\frac{\hat{c}_A}{w} + r_0 \right) / t_g + \frac{r_0}{t_0} \right] + \hat{c}_A^2 u_{rel}^2(w)} \quad (7)$$

NOTE If the mass of the test portion, m , is used, it is expressed in grams. The intermediate calculations are done with similar equations. Activity concentration can also be converted to specific activity [m replacing V in Formulas (3) and (5)]. If activity per volume is converted by dividing by the density ρ in gram per litre, an uncertainty associated with the density is added in Formula (5).

INTERNATIONAL
STANDARD

ISO
6506-1

Third edition
2014-10-01

**Metallic materials — Brinell hardness
test —**

Part 1:
Test method

ISO 6506-1:2014(E)

Annex C
(informative)

Uncertainty of the measured hardness values

C.4 Procedures for calculating uncertainty: Hardness measurement values

NOTE In this annex, the abbreviation "CRM" stands for "certified reference material". In hardness testing standards, certified reference material is equivalent to the hardness reference block, i.e. a piece of material with a certified value and associated uncertainty.

C.4.1 Procedure without consideration of bias (method M1)

Method M1 is a simplified method which can be used without needing to consider the magnitude of any systematic error of the hardness testing machine.

In M1, the error limit (the amount by which the machine's reading is allowed to differ from the reference block's value) is used to define one component, U_{mpe} , of the uncertainty. There is no correction of the hardness values with respect to the measured error.

The procedure for the determination of U is explained in [Table C.1](#) (see References [1] and [2] in the Bibliography).

$$U = k \times \sqrt{u_{\text{CRM}}^2 + u_{\text{H}}^2 + u_{\text{ms}}^2 + \left(\frac{U_{\text{mpe}}}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (\text{C.1})$$

where the result of the measurement is given by

$$X = x \pm U \quad (\text{C.2})$$

C.4.2 Procedure with consideration of bias (method M2)

As an alternative to method M1, method M2 can be used. This is correlated with the conduct of a control chart. Method M2 can lead to smaller values of uncertainty than method M1.

The bias, b , (step 5 in [Table C.2](#)) can be expected to be a systematic effect. In GUM, [4] it is recommended that a correction be used to compensate for systematic effects, and this is the basis of M2. The error limit term, U_{mpe} , is no longer a component in the uncertainty calculation, but either all determined hardness values have to be reduced by b or U_{corr} has to be increased by b . The procedure for the determination of U_{corr} is explained in [Table C.2](#) (see References [4] and [5] in the Bibliography).

$$U_{\text{corr}} = k \times \sqrt{u_{\text{CRM}}^2 + u_{\text{H}}^2 + u_{\text{ms}}^2} \quad (\text{C.3})$$

where the result of the measurement is given by

$$X_{\text{corr}} = (x - b) \pm U_{\text{corr}} \quad (\text{C.4})$$

or by

$$X_{\text{uncorr}} = x \pm (U_{\text{corr}} + |b|) \quad (\text{C.5})$$

depending on whether the bias (error), b , is considered to be part of the mean value or of the uncertainty.

When method M2 is used, it is also necessary to include an additional uncertainty component within the RSS term relating to the value of b employed. This will particularly be the case when

- the measured hardness is significantly different from the hardness levels of the blocks used during the machine's calibration,
- the machine's bias value varies significantly throughout its calibrated range, and
- the material being measured is different from the material of the hardness reference blocks used during the machine's calibration.

In all circumstances, a robust method for estimating the uncertainty associated with b is required.

KLASİK ISO -GUM METODU İLE YAPILAN ÖLÇÜM BELİRSİZLİKLERİNDE SIK YAPILAN HATALAR

- 1) Ölçüm belirsizliğine alınması gereken yani **önemi** olan bir veya birkaç belirsizlik bileşeninin ölçüm belirsizliğine dahil edilmemesi
- 2) Mükerrer dahil etme.
- 3) Gereksiz dahil.
- 4) Standart sapma ve standart hata (ortalamanın standart sapması) kullanım yerlerinin karıştırılması
 - a) Terazi, hacim ölçümü
 - b) Metodun kesinliğine rutin analizlerde yapılan deney sayılarının dikkate alınmaması.

AMPIİRİK

(Emprical veya Operationally Defined)

**METOTLARDA GERİ KAZANIM
DÜZELTMESİ YAPILMAZ**

AMC Technical Briefs

**The estimation and use of
recovery factors**

Laboratuvar Rutin Analizlerde Deney Prosedürünün Gereği Olarak “m” Tane Deney Yapıp Bunun Aritmetik Ortalamasını Deney Sonucu Olarak Raporluyorsa Tekrarlanabilirlik Standart Sapması Ölçüm Belirsizliği İçinde **Standart Hata (Ortalamanın Standart Sapması)**

cinsinden yer almalıdır.

$$\text{Mutlak : } \frac{S_r}{\sqrt{m}} \quad \text{Bağıl Olarak: } \frac{RSD_r}{\sqrt{m}}$$

TEK LABORATUVAR VALİDASYON VEYA METOT TEYİT ÇALIŞMALARINI SONUÇLARINDAN ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ HESAPLARINDA SIK YAPILAN HATALAR

- 1) Ara Kesinlik/Laboratuvar İçi Uyarlık (S_i) değerinin laboratuvardaki tüm olası değişimleri kapsamaması
- 2) Rutin analizlerde “m” adet deney sonucunun ortalamasının deney sonucu olarak raporlandığı durumlarda laboratuvar içi uyarlık değerinin standart hata yerine standart sapma cinsinden kullanılması
- 3) Gereksiz ölçüm belirsizliği bileşenlerinin birleşik ölçüm belirsizliğine dahil edilmesi
- 4) Bias hataları deney/derişim seviyesi ile değişiyorsa bu değişimin ölçüm belirsizliği hesaplarında dikkate alınmaması.

Ara Kesinlik/Laboratuvar İçi Uyarlık (S_i)

- a) Farklı kiři
- b) Yeterince uzun zaman
- c) Günün farklı zamanı
- d) Farklı kimyasallar
- e) Farklı erlen, pipet, terazi, etüv, kumpas, cetvel, elek, inkübatör, vb.
- f) Farklı cihaz (varsa)
- g) Diğerleri

Laboratuvar Rutin Analizlerde Deney Prosedürünün Geređi Olarak “m” Tane Deney Yapıp Bunların Aritmetik Ortalamasını Deney Sonucu Olarak Raporluyorsa Ara Kesinlik Veya Laboratuvar İçi Uyarlık Standart Sapması Ölçüm Belirsizliđi İçinde

Standart Hata(Ortalamanın Standart Sapması) Cinsinden Yer Almalıdır.

$$\text{Mutlak : } \frac{S_i}{\sqrt{m}} \quad \text{Bađı Olarak: } \frac{RSD_i}{\sqrt{m}}$$

$$u_c = \sqrt{\frac{s_i^2}{m} + u_b^2}$$

m= Sonuç Verilirken Ortalaması Alınan Deney Sonucu Sayısı

$$u_{c-bağıl} = \sqrt{\frac{s_{i-bağıl}^2}{m} + \left(\frac{u_R}{R}\right)^2}$$

m= Sonuç Verilirken Ortalaması Alınan Deney Sonucu Sayısı

LABORATUVARLAR ARASI VALİDASYONU YAKLAŞIMI YOLU İLE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ HESAPLARINDA SIK YAPILAN HATALAR

- 1) Metotta verilen uyarlık değerlerinin kullanılabilir durumda olmamasına karşın ölçüm belirsizliğinde kullanılması
- 2) Metoda tam uyumun olmaması. Metottan sapma yapılması
- 3) Yetersiz iç kalite kontrol faaliyetleri. Metodun kesinlik ve gerçeklik yönü ile istatistiksel olarak kontrol altında tutulduğunun objektif delillerini oluşturmadan bu metotla ölçüm belirsizliği yapılması.
- 4) Laboratuvar rutin analizlerde "m" tane deney yapıp bunların aritmetik ortalamasını deney sonucu olarak raporluyorsa ölçüm belirsizliğinde bu durumun dikkate alınmaması.



Designation: D 5453 – 03a

An American National Standard

Standard Test Method for
Determination of Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Motor
Fuels and Motor Oils by Ultraviolet Fluorescence¹

TABLE 3 Repeatability (r) and Reproducibility (R)

| Concentration (mg/kg S) | r | R |
|----------------------------|------|------|
| 1 | 0.2 | 0.6 |
| 5 | 0.6 | 1.9 |
| 10 | 1.0 | 3.3 |
| 50 | 3.4 | 10.9 |
| 100 | 5.7 | 18.3 |
| 400 | 16.0 | 51.9 |

15.1.2.1 Research Report RR:D02-1547 (2000-2001) re-
sults:⁷

$$\text{Gasoline: } R = 0.3170 (X + 6.8847) \quad (11)$$

$$\text{Diesel: } R = 0.3659 (X + 2.1101) \quad (12)$$

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ HESABINDA KULLANILABİLİR VERİLER

INTERNATIONAL
STANDARDISO
527-2

CAUTION — Due to the limited number of laboratories and materials, the following explanations of r and 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.1 — Precision, tensile modulus (MPa)

| Material | n_{Lab} | Average | $L_0 = 50 \text{ mm}$ | | | |
|----------|------------------|---------|-----------------------|-------|-----|-------|
| | | | s_y | s_x | r | R |
| RAHECO | 7 | 435 | 17 | 30 | 47 | 83 |
| ABS | 6 | 1 799 | 15 | 92 | 42 | 258 |
| PC | 6 | 2 448 | 34 | 98 | 94 | 274 |
| PMMA | 7 | 3 375 | 33 | 136 | 92 | 381 |
| PCM GF30 | 7 | 8 641 | 229 | 425 | 641 | 1 190 |
| PBT GF30 | 6 | 9 882 | 168 | 680 | 471 | 1 904 |

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ HESABINDA KULLANILAMAZ VERİLER

| | | | | | | |
|----------|---|--------|-------|-------|-------|-------|
| RAHECO | 7 | 491 | 8 | 29 | 21 | 80 |
| ABS | 6 | 1 799 | 14 | 63 | 40 | 175 |
| PC | 6 | 2 456 | 23 | 78 | 64 | 217 |
| PMMA | 7 | 3 411 | 36 | 79 | 102 | 220 |
| PCM GF30 | 7 | 8 711 | 86 | 291 | 242 | 816 |
| PBT GF30 | 6 | 9 954 | 119 | 370 | 332 | 1 037 |
| LCP | 7 | 30 580 | 1 014 | 1 698 | 2 640 | 4 757 |



Designation: D3174 – 12

Standard Test Method for
Ash in the Analysis Sample of Coal and Coke from Coal¹

TABLE 2 Range and Limits for Repeatability and Reproducibility
for the Determination of Ash in Coal and Coke

| Coal | Range | Repeatability Limit, <i>r</i> | Reproducibility Limit, <i>R</i> |
|---------------------------|------------------|-------------------------------------|---------------------------------------|
| Bituminous | 5.0 to 15.0 % | 0.30 % | 0.49 % |
| Subbituminous- Lignite | 4.5 to 30.0 % | 0.33 % | 0.47 % |

**Kül miktarının %15 den büyük olduğu bitümlü kömürlerde
Bu değerlerin ölçüm belirsizliğinde kullanılması şüpheli**

$$U = 2.S_R (k = 2; \%95) \rightarrow \text{TEK DENEY SONUCU İÇİN veya PRATİK YAKLAŞIM}$$

$$S_R = \frac{R}{2\sqrt{2}}; U = 2 \cdot \frac{R}{2\sqrt{2}} = \frac{R}{\sqrt{2}} (k = 2; \%95)$$

Eğer "*m*" adet deney yapıp ortalaması rapor ediliyorsa

$$U = 2.S_R = 2 \cdot \sqrt{S_L^2 + \frac{S_r^2}{m}} = 2 \cdot \sqrt{S_R^2 - S_r^2 + \frac{S_r^2}{m}}$$

$$(k = 2; \%95)$$

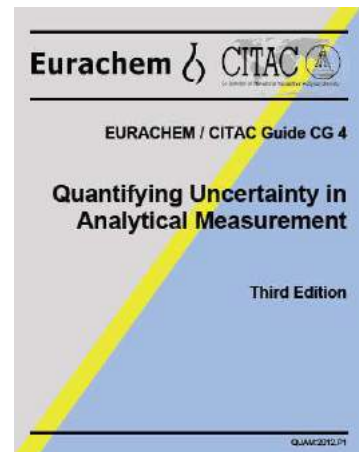
YETERLİLİK (PT) DENEY SONUÇLARI YAKLAŞIMI İLE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ HESAPLARINDA YAPILAN HATALAR

- 1) Yeterli sayıda ($n < 6$) yeterlik deneyi olmadan ölçüm belirsizliğinin hesaplanması
- 2) Ölçüm aralığı dikkate alınmaksızın farklı deney seviyelerindeki ölçüm belirsizliklerinin birleştirilmesi.

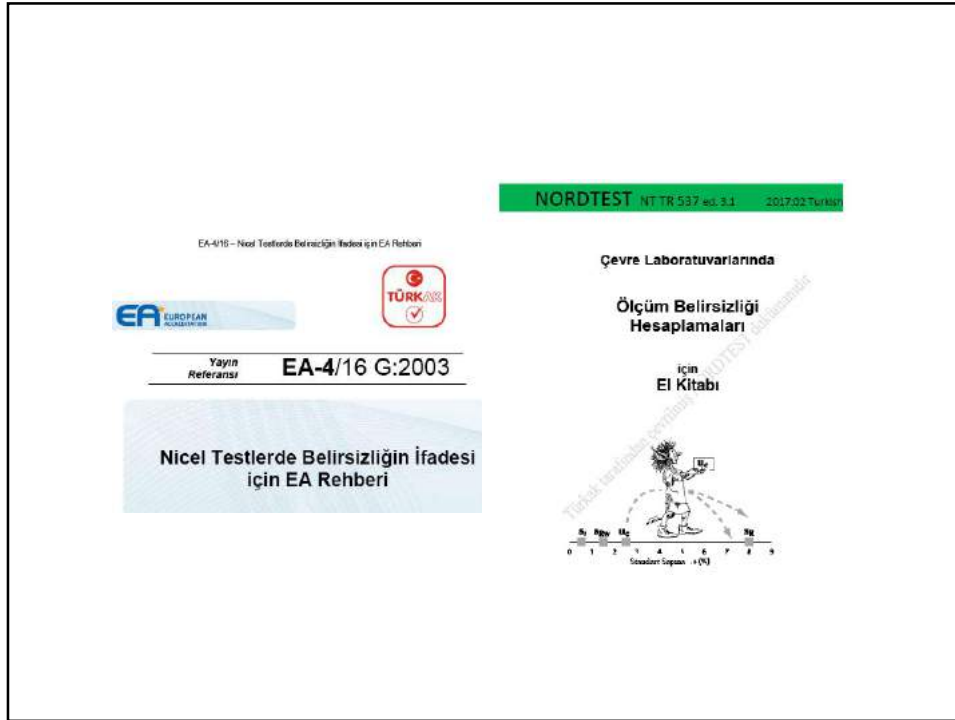
ÖNEMLİ DOKÜMANLAR



First edition, September 2008
© JCGM 2008



QUAM2012.01



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
(GERÇEKLIK 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
(GERÇEKLIK VE KESİNLİK)-BÖLÜM 4: STANDARD BİR ÖLÇME
METODUNUN GERÇEKLIĞİNİ BELİRLEMEK İÇİN TEMEL
METOTLAR**

**Accuracy (trueness and precision) of measurement methods
and results-Part 4:Basic methods for the determination of
the trueness of a standard measurement method**

TS 5822-5 ISO 5725-5

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

**Accuracy (trueness and precision) of measurement methods
and results-Part 5:Basic methods for the determination of the
precision of a standard measurement method**

TS 5822-6 ISO 5725-6

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



**Accuracy (trueness and precision) of measurement methods
and results-Part 6:Use in practice of accuracy values**

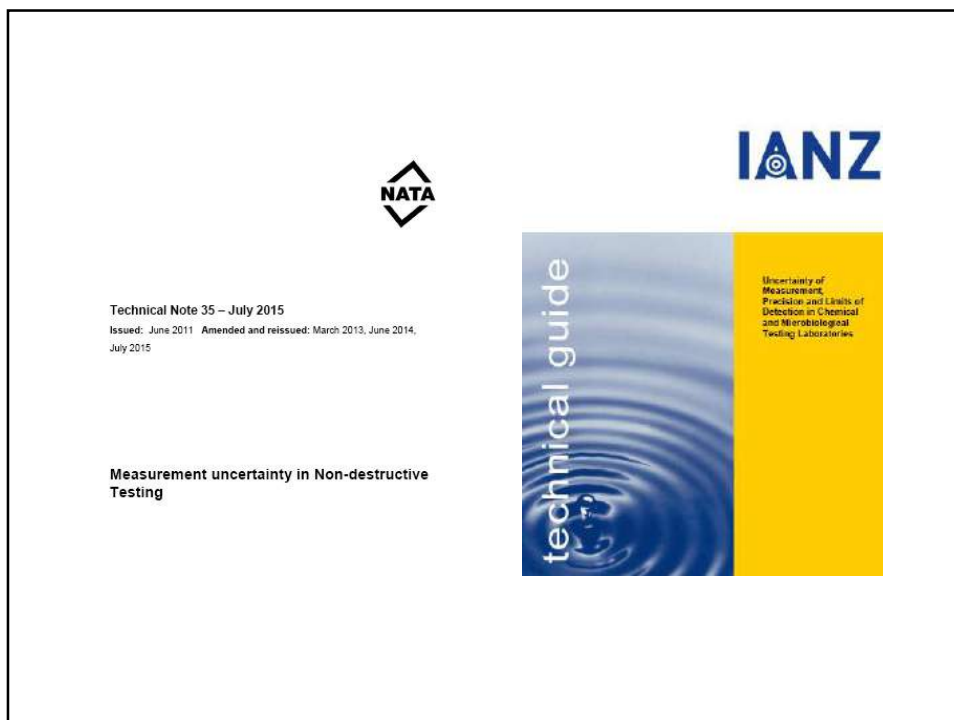
ISO 11352:2012 |

**Water quality — Estimation
of measurement uncertainty
based on validation and quality
control data**

ISO 21748:2017

**Guidance for the use of repeatability,
reproducibility and trueness estimates in
measurement uncertainty evaluation**

| | |
|--|---|
|  <small>EUROPEAN FEDERATION OF METROLOGICAL INSTITUTIONS IN MANUFACTURING, TESTING AND ANALYTICAL LABORATORIES</small> |  <small>EUROPEAN FEDERATION OF METROLOGICAL INSTITUTIONS IN MANUFACTURING, TESTING AND ANALYTICAL LABORATORIES</small> |
| Technical Report No. 1/2006 August 2006 | Technical Report No. 1/2007 March 2007 |
| Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Test Results | Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation |
| Technical Report | Technical Report |




| | | |
|---|--|--|
|  | American Association for Laboratory Accreditation <small>G104 - Guide for Estimation of Measurement Uncertainty in Testing</small> | <small>Technical Bulletin December 4, 2014</small> |
| | <small>Page 1 of 21</small> | |
| | | |

G104 - Guide for Estimation of Measurement Uncertainty In Testing

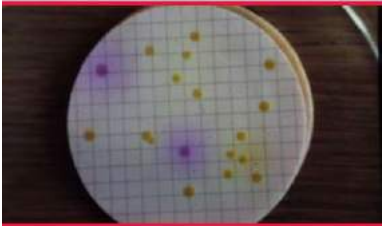
December 2014



| | |
|--|--|
| <p style="text-align: center;">TECHNICAL SPECIFICATION</p> <p style="text-align: center;">ISO/TS 19036</p> <p style="text-align: center; font-size: small;"> First edition 2008-05-01 AMENDMENT 1 2020-05-01 </p> <hr style="width: 50%; margin: 20px auto;"/> <p style="text-align: center; font-size: small;"> Microbiology of food and animal feeding stuffs — Guidelines for the estimation of measurement uncertainty for quantitative determinations AMENDMENT 1: Measurement uncertainty for low counts <small>Microbiologie des aliments — Lignes directrices pour l'estimation de l'incertitude de mesure pour les déterminations quantitatives</small> <small>AMENDÉMENT 1: Incertitude de mesure sur les faibles taux</small> </p> | <p style="text-align: center;">INTERNATIONAL STANDARD</p> <p style="text-align: center;">ISO 29201</p> <p style="text-align: center; font-size: small;"> First edition 2012-01-15 </p> <hr style="width: 50%; margin: 20px auto;"/> <p style="text-align: center; font-size: small;"> Water quality — The variability of test results and the uncertainty of measurement of microbiological enumeration methods <small>Qualité de l'eau - Variabilité des résultats d'essais et incertitude de mesure des méthodes d'énumération microbienne</small> </p> |
|--|--|



J4/2003



Uncertainty of quantitative determinations derived by cultivation of microorganisms

ADVISORY COMMISSION FOR METROLOGY
Chemistry Section
Expert Group for Microbiology
Seppo I. Nieminen
Helsinki 2003

Appendix J – SIWG Part 3 – Uncertainty 5-46
Page 4 of 23

Uncertainty Associated with Microbiological Analysis

1. Introduction

1.1. There are only two absolute certainties in life, death and taxes. Whenever trials are undertaken, no matter how manual or how sophisticated, we are faced with a lack of certainty in the outcome! It is therefore essential to have a common understanding of what is meant by uncertainty in relation to our specific trials in defining BIPM.

1.2. In microbiological laboratory practice, we can identify many causes of variability, for instance:

- 1.2.1. The ability of an isolate to give typical reactions on a diagnostic medium;
- 1.2.2. The use of the incorrect ingredients in a culture medium;
- 1.2.3. The consequence of changing brands of commercial media;
- 1.2.4. Use of non-standard conditions in the preparation, sterilisation and use of a culture medium;
- 1.2.5. Equipment and human errors in weighing, dispensing, pipetting and other laboratory activities;
- 1.2.6. The tolerance applied to the shelf life of test reagents;
- 1.2.7. The relative skill levels of different technicians;
- 1.2.8. The relative well-being of any technicians who is undertaking analysis;
- 1.2.9. and so on, and so on ... of repetition!

1.3. There are two other examples of biological, instrumental and personal bias that affect the accuracy, precision and hence the uncertainty of microbiological tests; a situation that constantly faces scientists involved in laboratory management.

1.4. To interpret properly the results obtained using any analytical procedure, whether physical, chemical or biological, requires careful consideration of the diverse sources of actual or potential error associated with the results obtained. Any analytical result is influenced by a complex of three major error groups:

- 1.4.1. Random errors, associated with the original sample matrix, the analytical (test) sample, the culture media, etc.;
- 1.4.2. Inherent systematic errors associated with the analytical procedure; and
- 1.4.3. Modifications of the systematic errors due to a particular laboratory's environment and equipment together with individual analysts' personal traits in carrying out the test procedure.

ACIAC 9-38-85 Contract Deliverable for
Contract # 223-85-2664 Modification 12

INTERNATIONAL STANDARD ISO/ASTM
51707

Third edition
2015-02-15

Guide for estimation of measurement uncertainty in dosimetry for radiation processing

Guide pour l'estimation de l'incertitude de mesure en dosimétrie pour le traitement par radiation

EUROPEAN STANDARD EN ISO 20988

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM June 2007

ICS 13.040.01

English Version

Air quality - Guidelines for estimating measurement uncertainty (ISO 20988:2007)



TÜRK AKREDİTASYON KURUMU

KALİTE POLİTİKASI

Ülkemizde uygunluk değerlendirme alanında ulusal akreditasyon kuruluşu olan TÜRKAK'ın Yönetim organlarının ve bütün çalışanlarının en öncelikli sorumluluğu ISO/IEC 17011 standardının şartlarına uygun bir yönetim sistemi altında, yüksek kaliteli hizmet sunmak ve sistemi sürekli iyileştirmektir. Akreditasyon hizmetinin, ulusal ihtiyaçların karşılanması ve Avrupa Birliği'nin ilgili düzenlemeleri ile uyumlu hale getirilmesi amacıyla TÜRKAK, uluslararası taraflar, kamu kesimi ve ilgili piyasa aktörleri ile işbirliğini vazgeçilmez bir ilke olarak benimsemiştir. TÜRKAK, çalışanlarının yeteneklerini geliştiren, uygun çalışma şartlarını sağlayan, mevcut kaynakları verimli kullanarak tarafsız ve bağımsız şekilde hizmet sunan saygın bir kuruluş olarak faaliyetlerine devam edecektir.

QUALITY POLICY

In our country, in the area of conformity assessment, TÜRKAK is the only national accreditation agency. The highest priority of TÜRKAK's management bodies and all personnel is to provide high quality service and improve system in comply with ISO/IEC 17011. For the purpose of providing accreditation services to satisfy the national needs and harmonizing European Union regulations, TÜRKAK considers cooperation with international stakeholders, government parties and related market actors as an indispensable principle. TÜRKAK will continue to be an impartial, independent and respected service provider, ensuring employees' professional development, suitable working conditions, and resource accessibility.

Mustafa Kemal Mahallesi 2125. Sokak No: 1 Çankaya/ANKARA
Tel: +90 312 410 82 00 Faks: +90 312 410 83 00
www.turkak.org.tr



TUBITAK
UME


Düşük Derişimlerde Nicel Analiz ve Algılama Sınırı (LOD) Hesaplamaları



Murat TUNÇ
İnorganik Kimya Laboratuvarı, Uzman
Araştırmacı

İstanbul, 25 Nisan 2018

Giriş



Düşük derişimlerde nicel analiz için kullanılan analitik metotların karakterize edilmesinde, geçerli kılınmasında ve raporlanan analiz sonuçlarının yorumlanmasında metodun güvenilir ölçüm yapabildiği en düşük derişimin bilinmesine ihtiyaç duyulur. Metodun güvenilir ölçüm yapabildiği en düşük derişimin hesaplanması için farklı alanlarda farklı hesaplamalar yapılmakta ve bununla beraber terim birliği konusunda sıkıntılar yaşanmaktadır.

Bu konuda sıklıkla karşılaşılan terimler;

- * Algılama sınırı (LOD – limit of detection)
- * Tayin sınırı (LOQ – limit of quantification)
- * Düşük tayin sınırı (LLOQ – lower limit of quantification)
- * Karar sınırı (CCa – decision limit)
- * Algılama kapasitesi (CC β – detection capability)
- * Kritik deęer (x_c – critical value)
- * En düşük algılanabilir deęer (x_d – minimum detectable value)

Referanslar ve Terimler



Tablo 1. En çok kullanılan uluslararası referanslar ve bu referansların tercih ettikleri terimler

| Referans 1 Eurachem | Referans 2 ISO 11843 | Referans 3 IUPAC | Referans 4 2002/657/EC | Referans 5 FDA | Referans 6 AOAC |
|------------------------|-------------------------|---------------------|---------------------------|-------------------|--------------------|
| - | x_p | - | $CC\alpha$ | - | - |
| LOD | x_{fl} | LOD | $CC\beta$ | - | LOD |
| - | - | - | - | LLOQ | - |
| LOQ | - | LOQ | - | - | LOQ |

LOD

Algılama Sınırı
Tespit Sınırı
Belirleme Sınırı
Gözlenebilme Sınırı
...

LOQ

Tayin Sınırı
Raporlama Sınırı
Nicel Sınırı
...

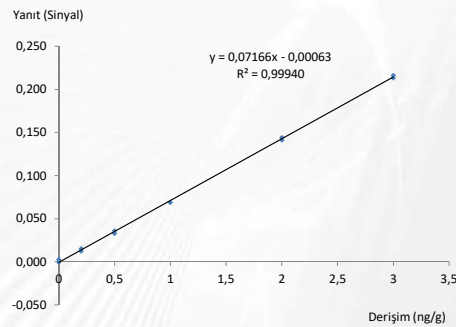
Sıklıkla kullanılan bu terimlerin Türkçe kaynaklardaki Türkçe karşılıklarını farklılık gösterebilir.

3

Farklı hesaplama tekniklerinin karşılaştırılması - veri



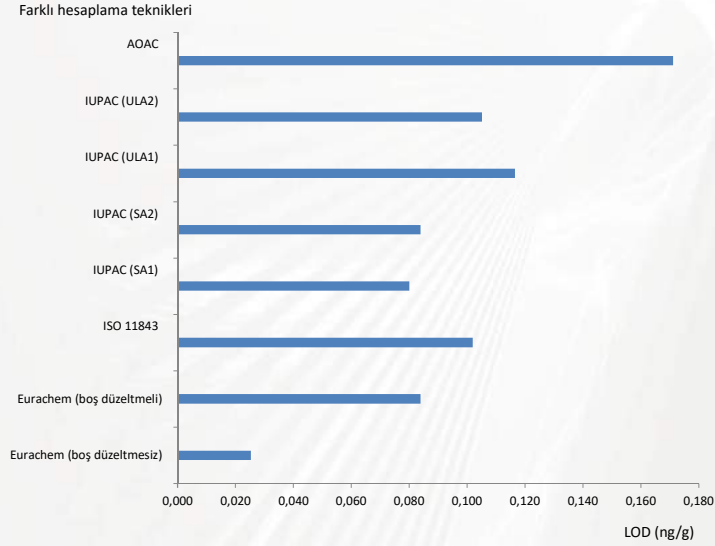
| | Yanıt (Sinyal) | Derişim (ng/g) |
|-------------------|----------------|----------------|
| Kalibrasyon boş_1 | 0,003 | 0 |
| Kalibrasyon boş_2 | -0,001 | 0 |
| Kalibrasyon boş_3 | 0,002 | 0 |
| Std1_1 | 0,012 | 0,2 |
| Std1_2 | 0,015 | 0,2 |
| Std1_3 | 0,015 | 0,2 |
| Std2_1 | 0,033 | 0,5 |
| Std2_2 | 0,033 | 0,5 |
| Std2_3 | 0,036 | 0,5 |
| Std3_1 | 0,069 | 1 |
| Std3_2 | 0,069 | 1 |
| Std3_3 | 0,069 | 1 |
| Std4_1 | 0,144 | 2 |
| Std4_2 | 0,141 | 2 |
| Std4_3 | 0,144 | 2 |
| Std5_1 | 0,213 | 3 |
| Std5_2 | 0,216 | 3 |
| Std5_3 | 0,216 | 3 |
| Numune boş_1 | 0,008 | 0,12 |
| Numune boş_2 | 0,004 | 0,06 |
| Numune boş_3 | 0,007 | 0,11 |
| Numune boş_4 | 0,006 | 0,09 |
| Numune boş_5 | 0,003 | 0,05 |
| Numune boş_6 | 0,005 | 0,08 |
| Numune boş_7 | 0,004 | 0,06 |
| Numune boş_8 | 0,009 | 0,13 |
| Numune boş_9 | 0,007 | 0,11 |
| Numune boş_10 | 0,006 | 0,09 |



| | |
|---------------|----------|
| Eğim | 0,07166 |
| Kesme noktası | -0,00063 |

4

Farklı hesaplama tekniklerinin karşılaştırılması – Değerlendirme LOD



5

Eurachem



$$\text{LOD} = 3 \times s'_0$$

$$\text{LOQ} = 10 \times s'_0$$

Standart sapma (s'_0) derişim biriminde ifade edilir. (Cihaz sinyalinin standart sapması değildir)

Tekrarlanabilirlik koşulları altında elde edilen boş numunelerin ölçümleri

- Boş düzeltmesi uygulanmaması durumu $s'_0 = \frac{s_0}{\sqrt{n}}$

s_0 : Sıfır veya yakınındaki derişimlerde, m (tekrar sayısı 6-15 arası) teklı sonuçlardan tahmin edilen standart sapma değeridir.

s'_0 : LOD ve LOQ hesaplamak için kullanılan standart sapma değeridir.

n : tüm ölçüm prosedürü takip edilerek elde edilen sonuçlar raporlanırken ortalaması alınan tekrarlı gözlemlerin sayısıdır.

- Boş düzeltmesi uygulanması durumu $s'_0 = s_0 \times \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{n_b}}$

n : tüm ölçüm prosedürü takip edilerek elde edilen, sonuçlar raporlanırken ortalaması alınan tekrarlı gözlemlerin sayısıdır.

n_b : ölçüm prosedürüne göre boş düzeltmesinin hesaplanmasında ortalaması alınan boş gözlemlerin sayısıdır.

Örneğin, ölçüm prosedürü rutin analizde test numunelerinin 3 kez ölçülmesi gerektiğini ve 2 adet boş numunesinin ortalaması ile boş düzeltmesi yapılması gerektiğini belirtmektedir. Bu durumda $n = 3$ ve $n_b = 2$ olacaktır.

6

Eurachem



LOD ve LOQ değerlerinin zamana bağlı olarak önemli ölçüde değiştiği durumlarda;

- Ara kesinlik koşulları altında elde edilen boş numunelerin ölçümleri kullanılmalıdır. Örneğin, düşük derişim seviyelerinde test numuneleri için kalite kontrol sonuçları varsa, bu sonuçların standart sapması LOD ve LOQ tahmininde kullanılabilir. ($s'_0 = s_0$ alınır)

- Boş düzeltmesinin dikkate alınmasına gerek yoktur.

LOD ve LOQ için uygun numuneler

1. Test numuneleri

- Tespit edilebilir seviyede analit içermeyen boş numuneler
Atomik spektroskopi gibi boş numuneler için ölçülebilir bir sinyal elde edildiği teknikler
- Beklenen LOD değerine yakın analit derişimine sahip numuneler
Kromatografi gibi gürültü seviyesinin üstünde bir pki algılamaya dayanan teknikler

2. Reaktif boşları

- Yukarıdaki özelliklere sahip test numunelerinin olmadığı durumlarda reaktif boşları tercih edilir. Reaktif boşları, tüm test prosedürünün temsili tüm işlemlerini ve eklenen kimyasalları içermelidir. Fakat, reaktif boşları ile yapılan ölçümlerin matris etkisini yansıtmayacağı unutulmamalıdır.

Farklı matrisleri kapsayan metotlar için her matris için standart sapma değerinin ayrı ayrı belirlenmesi gerekli olabilir.

ISO 11843



- Kritik değerler (x_c – critical values)
- En düşük algılanabilir değerler (x_d – minimum detectable values)

$$x_d = 2t_{0,95}(v) \frac{\hat{\sigma}}{b} \sqrt{\frac{1}{K} + \frac{1}{I \cdot J} + \frac{\bar{x}^2}{s_{xx}}} = 2x_c$$

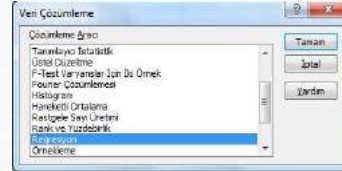
Burada:

- v : serbestlik derecesi ($v = I \cdot J - 2$)
- $\hat{\sigma}$: kalibrasyon eğrisinin artık standart sapması (excel kullanılarak regresyon işlevi ile hesaplanabilir)
- \hat{b} : kalibrasyon eğrisinin eğimi
- K : bir numuneye ait analize hazırlanmış alt örnek sayısı/bir numuneye ait analize hazırlanmış bir alt örneğin ölçüm tekrar sayısı (bu durumda "K" yerine "L" kullanılıyor.)
- I : kalibrasyon eğrisindeki nokta sayısı (sıfır noktası da dahil)
- J : kalibrasyon standartlarının hazırlama/ölçüm tekrar sayısı
- \bar{x} : kalibrasyon standartlarının derişimlerinin ortalaması (sıfır noktası da dahil)
- s_{xx} : kalibrasyon standartlarının derişimlerinin ortalamadan farklarının karelerinin toplamı

Kalibrasyon eğrisinin artık standart sapması



- Veri
- Veri çözümüleme
- Regresyon
- Y Giriş Aralığı (Kalibrasyon standartlarının sinyalleri)
- X Giriş Aralığı (Kalibrasyon standartlarının derişimleri)



| ÖZET ÇIKIŞI | | | | | | | | |
|---------------------------------|--------------|---------------|--------------|-------------|--------------|-------------|--------------|--------------|
| Regresyon İstatistikleri | | | | | | | | |
| Çoklu R | 0,999701079 | | | | | | | |
| R Kare | 0,999402247 | | | | | | | |
| Ayarlı R Kare | 0,999364887 | | | | | | | |
| Standart Hata | 0,001380144 | | | | | | | |
| Gözlem | 18 | | | | | | | |
| ANOVA | | | | | | | | |
| | df | SS | MS | F | Anlamlılık F | | | |
| Regresyon | 1 | 0,104488942 | 0,104488942 | 20750,90976 | 3,20175E-27 | | | |
| Fark | 16 | 6,27355E-05 | 3,92097E-06 | | | | | |
| Toplam | 17 | 0,104495228 | | | | | | |
| | Katsayılar | Standart Hata | t Stat | P-değerler | Düşük %95 | Yüksek %95 | Düşük 95,0% | Yüksek 95,0% |
| Kesimim | -0,000632966 | 0,000676171 | -0,936164218 | 0,361134754 | -0,002056384 | 0,000800451 | -0,002066384 | 0,000800451 |
| X Dağılımı | 0,071661163 | 0,000438343 | 163,3578633 | 3,20175E-27 | 0,070732541 | 0,072990184 | 0,070732541 | 0,072990184 |

9

IUPAC



• Standart yaklaşım 1 (SA1)

s_b : Boş numune ölçümlerinin standart sapması
 q_1 : Kalibrasyon eğrisinin eğimi

$$LOD = 3 \times s_b / q_1$$

Kabuller:

- * Kalibrasyon eğrisinin kesme noktası, boş numune ölçümüne ait sinyallerin ortalamasına eşittir.
- * Tüm kalibrasyon noktaları kalibrasyon grafiğinin tam üzerindedir.
- * Boş numune ölçümlerinin ortalaması tüm popülasyonu temsil eder.

• Standart yaklaşım 2 (SA2)

$$LOD = 3 \times (1 + 1/n_b)^{1/2} \times s_b / q_1$$

* Burada n_b , boş numune ölçümlerinin sayısıdır.

- Bu sayede "standart yaklaşım 1" için yapılan kabullerden sonuncusu yapılmamış olur ve daha gerçekçi bir yaklaşım yapılmış olur.

• Üst limit yaklaşımı 2 (ULA2)

s_y : Kalibrasyon eğrisinin artık standart sapması (Excel-regresyon fonksiyonu)

q_1 : Kalibrasyon eğrisinin eğimi

v : serbestlik derecesi (n-2)

α : güven (olasılık) seviyesi

n : kalibrasyon eğrisindeki (sıfır noktası da dahil) tüm noktaların (tekrarlı ölçümler de dahil) sayısı

$$LOD = t(v, \alpha) s_y / q_1$$

10

IUPAC



- **Üst limit yaklaşımı 1 (ULA1)**

$$LOD = (t(v, \alpha) s_y / q_1) (1 + 1/n + \bar{c}^2 / \sum_{i=0}^{n_0} (c_i - \bar{c})^2)^{1/2}$$

Burada:

- v : serbestlik derecesi [v = n - m (m = 2)]
- α : güven (olasılık) seviyesi
- s_y : kalibrasyon eğrisinin artık standart sapması (excel kullanılarak regresyon işlevi ile hesaplanabilir)
- q_1 : kalibrasyon eğrisinin eğimi
- n : kalibrasyon eğrisindeki (sıfır noktası da dahil) tüm noktaların (tekrarlı ölçümler de dahil) sayısı
- \bar{c} : kalibrasyon standartlarındaki değerlerin ortalaması (Sıfır noktası da dahil)
- n_0 : kalibrasyon eğrisindeki noktaların sayısı (sıfır noktası hariç)
- c_i : kalibrasyon eğrisindeki i noktasına ait derişim

ISO 11843

$$x_{0.95} = 2t_{0.95}(v) \frac{\hat{\sigma}}{b} \sqrt{\frac{1}{K} + \frac{1}{I \cdot J} + \frac{\bar{x}^2}{s_{xx}}} = 2x_c$$

11

2002/657/EC



Bir metodun değişkenliğini ve yanlış bir karar almanın istatistiksel riskini göz önünde bulundurarak, bir maddenin güvenilir bir şekilde ayırt edilebilir miktarsal değeri ile ilgili kritik derişimleri değerlendirmeyi sağlayan, karar sınırı (CCa) ve algılama kapasitesi (CC β) olmak üzere iki istatistiksel sınır değeri hesaplamayı önerir.

CCa ve CC β hesaplamalarında iki farklı durum söz konusudur.

İlgili yönetmeliklerde analite ait

1. "gereken en düşük performans sınırı" (**MRPL** – Minimum required performance limit) değeri verilmişse "izin verilmeyen" (**non-permitted**) sınıflandırması yapılır.
2. "en yüksek kalıntı sınırı" (**MRL** – Maximum residue limit) değeri verilmişse "izin verilen" (**permitted**) sınıflandırması yapılır.

17/18 Official Journal of the European Union 15.5.2002

Article 2

This Decision is addressed to the Member States.

Date of issuance, 13 March 2002.

for the Commission
David Byrne
Member of the Commission

ANNEX
ANNEX B

Minimum required performance limits

| Minimum residue limit | Material | Unit |
|---|----------------------|---------------|
| Chlorophenol | Milk | 0.1 µg/kg |
| | Eggs | |
| | Meat | |
| | Other | |
| | Aquaculture products | |
| Mikroorganizmaların sayısı | Hayvanlar için | 1 µg/kg |
| | Deniz ürünleri | 1 µg/kg/100 g |
| Mikroorganizmaların — sayıları — miktarları — miktarları | Hayvanlar için | 1 µg/kg/100 g |
| | Deniz ürünleri | |
| | | |

12

2002/657/EC



Hesaplama yöntemi 1

Laboratuvar içi tekrar üretilebilirlik şartları altında

$$CCa = C_{y0} + 2,33 \times S_{y0} \quad CC\beta = CCa + 1,64 \times S_{CCa}$$

C_{y0} : kalibrasyon eğrisinin kesme noktasına karşılık gelen derişimlerin ortalaması

S_{y0} : kalibrasyon eğrisi kesme noktalarının standart sapması

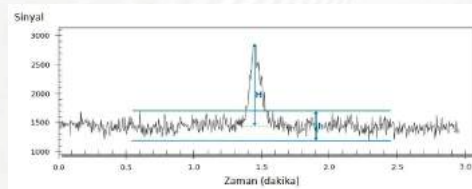
S_{CCa} : CCa derişimlerinin ortalamasının standart sapması

Hesaplama Yöntemi 2

Laboratuvar içi tekrar üretilebilirlik şartları altında

En az 20 adet boş numune (matrisi temsil eden)

$$CCa = 3 \times \text{Sinyal/Gürültü} \quad CC\beta = CCa + 1,64 \times S_{Boş}$$



13

FDA ve AOAC



- FDA (U.S. FOOD & DRUG ADMINISTRATION)

Biyoanalitik Metot Geçerli Kılma rehberi

$$LLOQ = 5 \times C_{Boş}$$

düşük tayin sınırı (LLOQ – lower limit of quantification)

Bu derişimdeki test numunesi ölçümleri için:

- Kesinlik \leq % 20
- Doğruluk % 80 – 120

- AOAC

Standart Metodun Performans Gereklilikleri için Rehberler, Ek F

$$LOD = C_{Boş} + 3 \times S_{Boş}$$

$$LOQ = C_{Boş} + 10 \times S_{Boş}$$

14

Farklı hesaplama tekniklerinin karşılaştırılması – Değerlendirme (LOQ)



| | Yanıt (Sinyal) | RSD | Derişim (ng/g) |
|-------------------|----------------|------|----------------|
| Kalibrasyon boş_1 | 0,003 | | 0 |
| Kalibrasyon boş_2 | -0,001 | 156% | 0 |
| Kalibrasyon boş_3 | 0,002 | | 0 |
| Std1_1 | 0,012 | | 0,2 |
| Std1_2 | 0,015 | 12% | 0,2 |
| Std1_3 | 0,015 | | 0,2 |
| Std2_1 | 0,033 | | 0,5 |
| Std2_2 | 0,033 | 5% | 0,5 |
| Std2_3 | 0,036 | | 0,5 |
| Std3_1 | 0,069 | | 1 |
| Std3_2 | 0,069 | 0% | 1 |
| Std3_3 | 0,069 | | 1 |
| Std4_1 | 0,144 | | 2 |
| Std4_2 | 0,141 | 1% | 2 |
| Std4_3 | 0,144 | | 2 |
| Std5_1 | 0,213 | | 3 |
| Std5_2 | 0,216 | 1% | 3 |
| Std5_3 | 0,216 | | 3 |
| Numune boş_1 | 0,008 | | 0,12 |
| Numune boş_2 | 0,004 | | 0,06 |
| Numune boş_3 | 0,007 | | 0,11 |
| Numune boş_4 | 0,006 | | 0,09 |
| Numune boş_5 | 0,003 | 32% | 0,05 |
| Numune boş_6 | 0,005 | | 0,08 |
| Numune boş_7 | 0,004 | | 0,06 |
| Numune boş_8 | 0,009 | | 0,13 |
| Numune boş_9 | 0,007 | | 0,11 |
| Numune boş_10 | 0,006 | | 0,09 |

| Referans | LOD (ng/g) | LOQ (ng/g) |
|------------------------------|------------|------------|
| Eurachem (boş düzeltilmesiz) | 0,025 | 0,084 |
| Eurachem (boş düzeltilmeli) | 0,084 | 0,280 |
| ISO 11843 | 0,102 | 0,306 |
| IUPAC (SA1) | 0,080 | 0,267 |
| IUPAC (SA2) | 0,084 | 0,280 |
| IUPAC (ULA1) | 0,117 | 0,350 |
| IUPAC (ULA2) | 0,105 | 0,316 |
| AOAC | 0,171 | 0,358 |

15

Raporlama



Raporlamada hangisi kullanılmalı?

- <LOQ (tayin sınırı)
- ✓ <MLOQ (metot tayin sınırı)

MLOQ' nun altında raporlama yapılabilir mi?

- Evet, sonuç raporlanabilir. Fakat bu derişimde ölçüm belirsizliği hesaplamasına dikkat edilmelidir. Tanımlanan çalışma aralığı dışında olduğu için çalışma aralığı içinde verilen belirsizlik değerine göre daha yüksek belirsizlikle raporlanmalıdır.

MLOD' nin altında sonuç raporlanabilir mi?

- Hayır, sonuç raporlanamaz.

16

Algılama sınırını (LOD) etkileyen diğer parametreler



- Kullanılan kimyasalların, ölçümü hedeflenen analit açısından saflığı ve maliyet analizi

Merck Nitrik Asit

- Emsure (40 Euro/litre)
- Suprapur (120 Euro/litre)
- Ultrapur (750 Euro/litre)

| Element (µg/kg) | Emsure | Suprapur | Ultrapur |
|-----------------|--------|----------|----------|
| Pb | ≤ 10 | ≤ 2 | ≤ 0,02 |
| Cd | ≤ 10 | ≤ 0,5 | ≤ 0,02 |
| As | ≤ 10 | ≤ 0,5 | ≤ 0,02 |
| Hg | - | ≤ 1 | ≤ 0,05 |
| Ca | ≤ 100 | ≤ 2 | ≤ 0,2 |
| Fe | ≤ 100 | ≤ 2 | ≤ 0,1 |
| Cu | ≤ 10 | ≤ 0,5 | ≤ 0,2 |



- Ölçüm cihazının performansı ve günlük takibi

17

Teşekkür ederim..



ÖLÇÜMİÇİN
DOĞRUMERKEZ



2. GÜN

SUNUMLAR

MİKROBİYOLOJİK ANALİZLERDE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ UYGULAMALARI

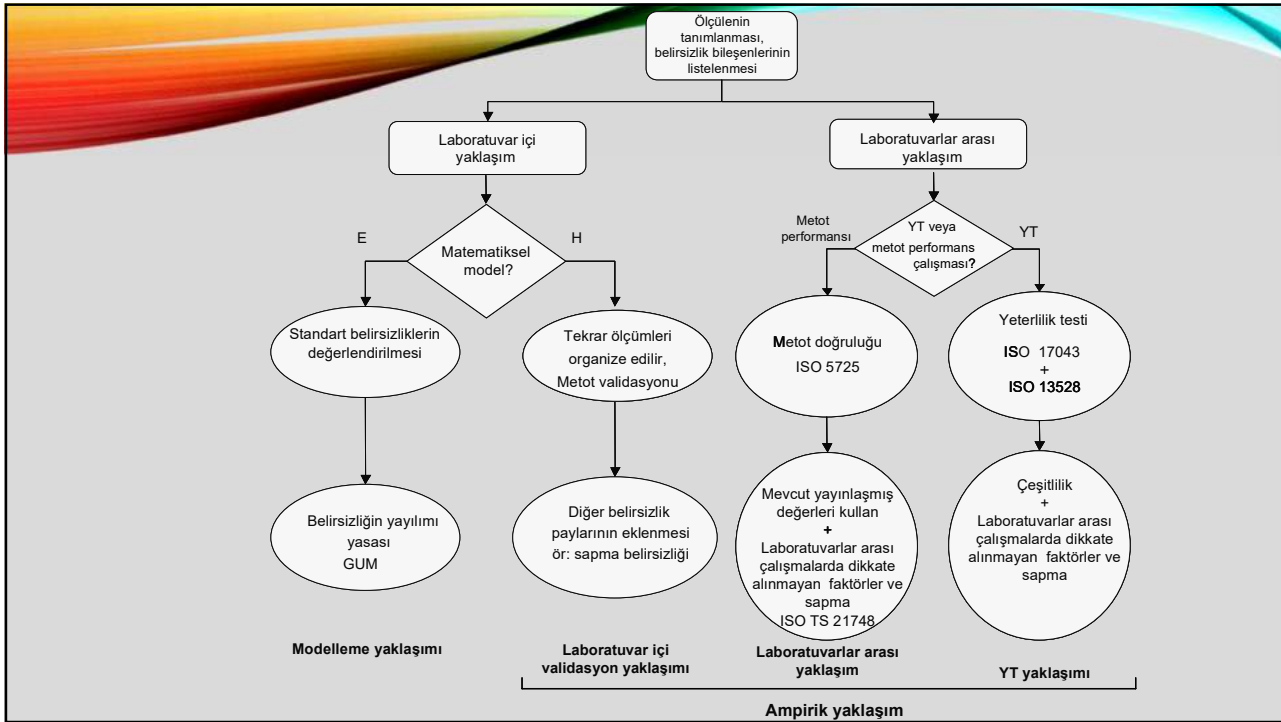
Doç. Dr. Aysun Yılmaz
İ.Ü. Veteriner Fakültesi Viroloji ABD
yilmazaysun@istanbul.edu.tr

ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ YAKLAŞIMLARI

Belirsizlik

Top-down
Yukarıdan-aşağıya
Global
Kara-kutu
Tüme varım

Bottom-up
Aşağıdan-yukarıya
Tümden gelim
Adım adım
Bileşen yaklaşımı



GENEL BİLGİLER

- Global veya bileşen olsun, her iki yaklaşımla aynı belirsizlik değeri elde edilmelidir.
- Her iki yaklaşım arasında tercih yapılırken;
 - Müşteri yada akreditasyon kurumunun bir talebinin olup olmadığı,
 - Laboratuvarın kalite kontrol sistemi,
 (örneğin: laboratuvarın çok iyi bir kalite kontrol sistemi bulunuyorsa ve bu sistem içinde bir çok veri toplanıyorsa bileşen yaklaşımı daha doğru olabilir, aksi bir durumda global yaklaşım hızlı bir hesaplama sağlayacaktır)
 - Sıvı ve toz ürünlerde alt örnekleme varyansının, Poisson dağılımı varyansını geçmesi beklenmez. Bu durumda detaylı bir kalite kontrol prosedürü ile bileşen yaklaşımı tercih edilebilir.
 - Katı ürünlerde ise durum farklıdır. Alt örneklemede yüksek dağılım görülür. Bu durumda global yaklaşım tercih edilebilir veya alt örnekleme varyansı ona özgün bir çalışma ile belirlenmelidir.

GENEL BİLGİLER

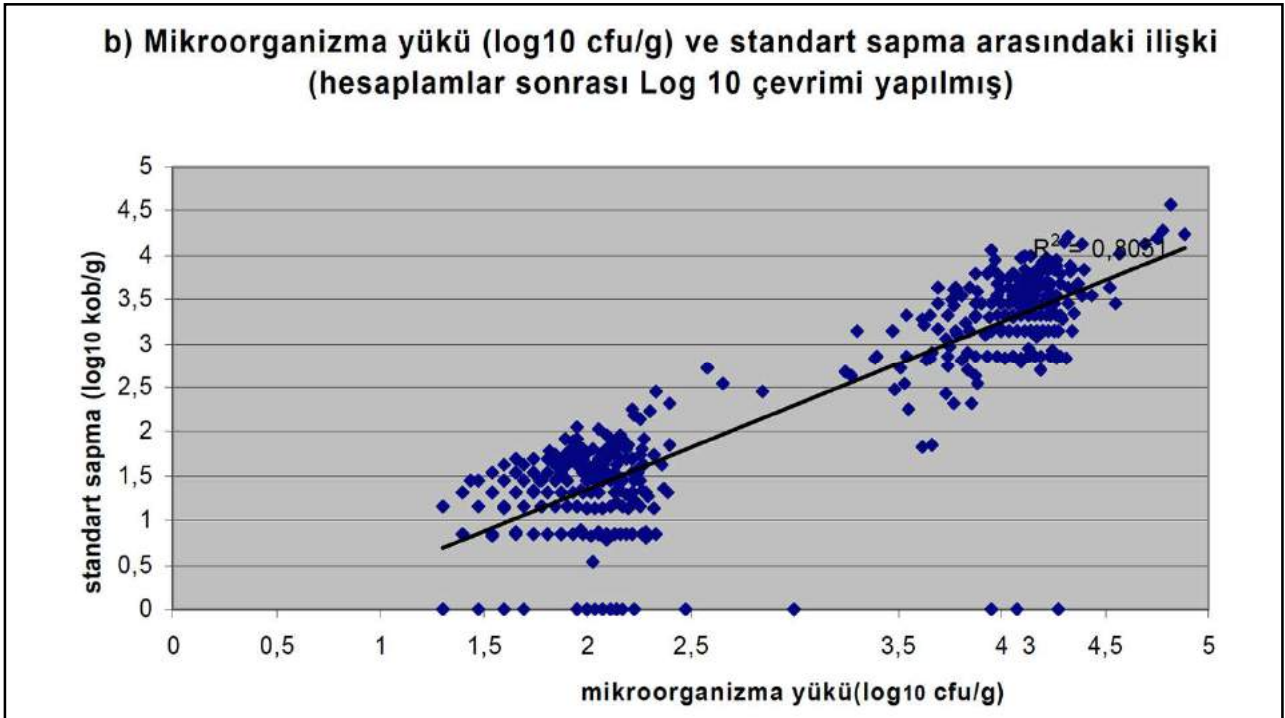
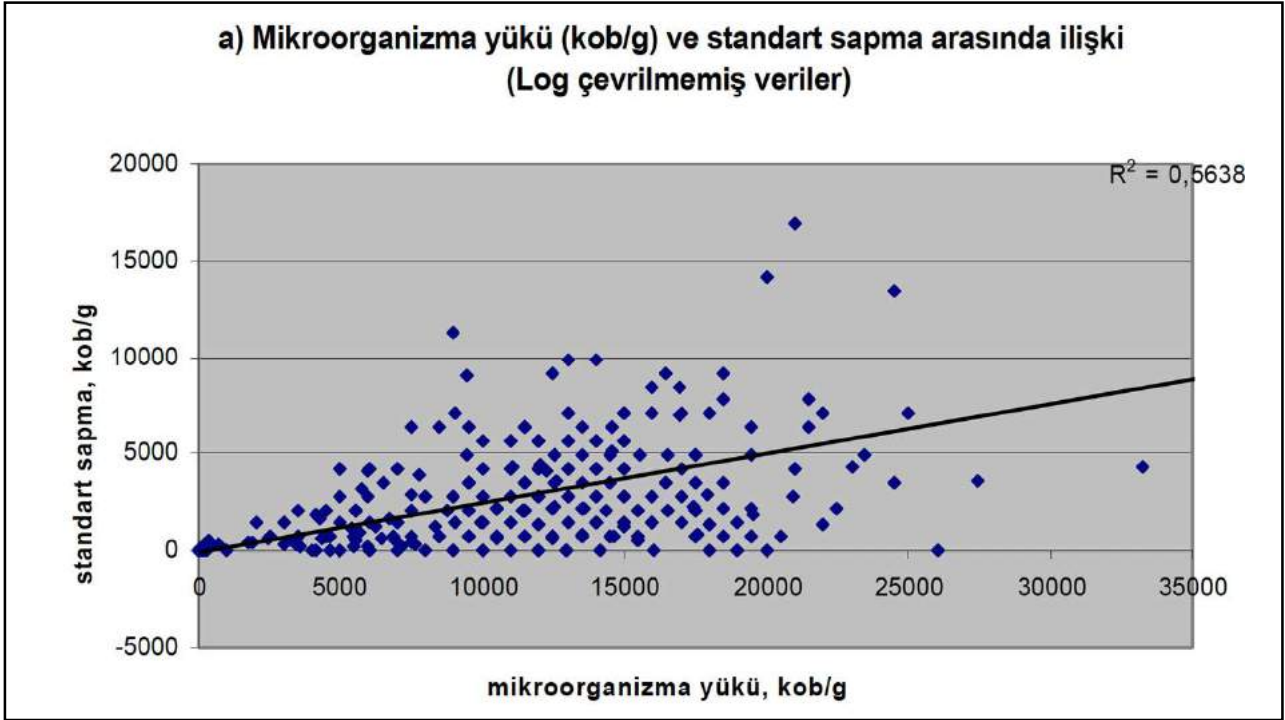
- Devamı;
 - Düşük mikroorganizma yüklerinde global yaklaşım yerine bileşen yaklaşımı daha etkilidir.
 - Örneklerde heterojenliğinin arttığı durumlarda global yaklaşımın etkinliği artar.
 - Operasyonel varyansın, dağılım varyansından büyük olmasının beklendiği katı örneklerde global yaklaşım tercih edilir.
 - Eğer ölçüm belirsizliği hesaplaması laboratuvarlar arası sapmayı (bias) kapsayacaksa (aynı referans materyalin tüm laboratuvarlarda analizi ile) bu durumda sadece global yaklaşım kullanılabilir. Bu konuda Nordtest NT TR 537 kullanılabilir(Türkçe'ye çevrimi TÜRKAK tarafından yapılmıştır).

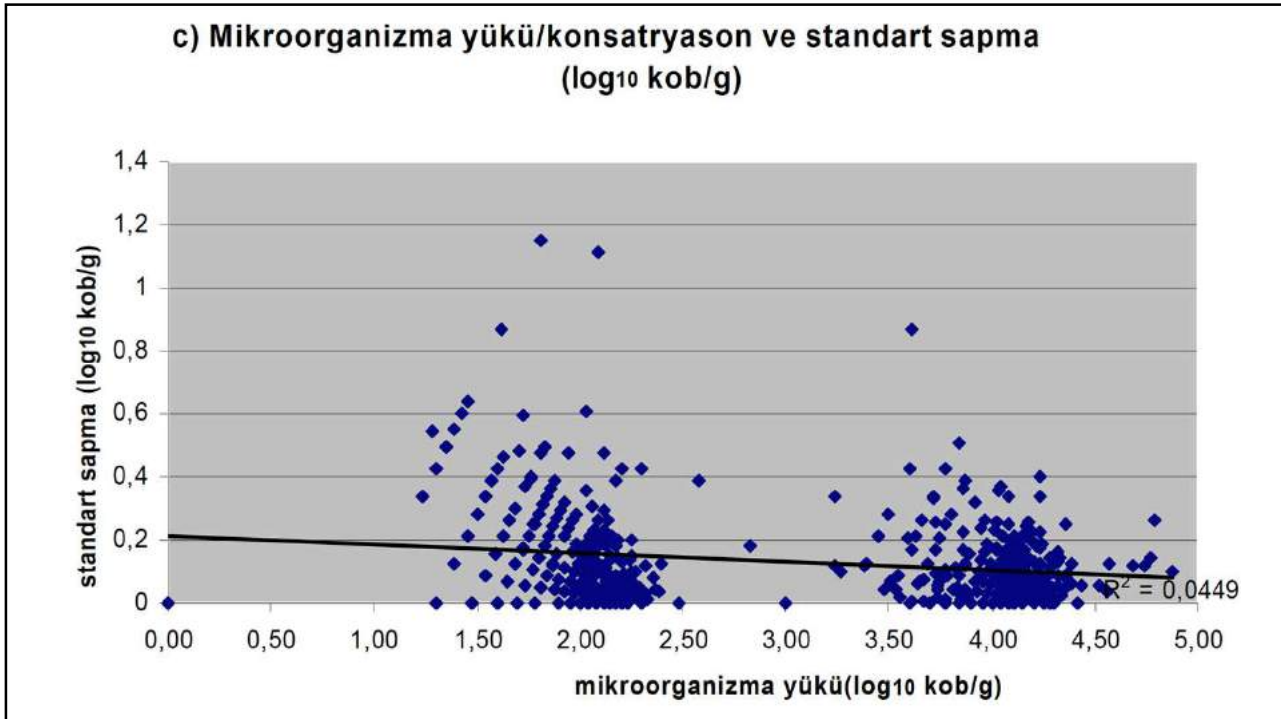
ISO 29201

GENEL BİLGİLER

- Mikrobiyolojik analizlerde kimyasal analizlerde olduğu gibi ölçüm belirsizliği hesaplanması için bağıl standart sapma kullanılabilir.
- Kimyasal analizlerde bağıl standart sapma, konsantrasyon ve standart sapma ile ilişkilidir.
- Mikrobiyolojik analizlerde ise logaritmik çevrimde bağıl standart sapma sabittir. Konsantrasyon ve standart sapma arasındaki ilişki de burada kimyasallar analizlerdeki gibi değildir.

NMKL No 8





GENEL BİLGİLER

- Mikrobiyolojide ölçüm sonuçlarının hesaplama öncesi logaritmaya çevrimi çok yaygın olarak uygulanmaktadır.
- Bunun için daha çok 10 tabanlı bayağı logaritma kullanılır.
- Su mikrobiyolojisinde 10 tabanlı logaritma çevrimi artık yaygın olarak kullanılmamaktadır.
- Standart belirsizlik aralık skalası veya bağıl skala, hatta yüzde olarak ifade edilmektedir.
- Standart belirsizliğin hesaplanması öncesinde doğal logaritmasının alınması, sonuçları bağıl hale getirmek için kullanılabilecek yöntemlerden biridir.

$$u_{rd}(y) \approx u(\ln y)$$

$$u_{rd}(y) = u(y) / y$$

GENEL BİLGİLER

- Varyans hesaplarında logaritmaların birbiri arasında çevrimi için katsayılar;
 - Bayağı logaritmanın doğal logaritmaya çevrimi $(2.30259)^2=5.3019$
 - Doğal logaritmanın bayağı logaritmaya çevrimi $(0.4343)^2=0.1886$

$$u_{rel}^2 = \frac{(\ln x_1 - \ln x_2)^2}{2} = \frac{(\lg x_1 - \lg x_2)^2}{2} \times 5.302$$

$$s^2 = \frac{(\lg x_1 - \lg x_2)^2}{2}$$

ISO 29201

NMKL NO:8 YAKLAŞIMI

- Ara kesinlik koşullarında ölçümler alınır.
- Hesaplamalar \log_{10} çevrilmiş sonuçlar üzerinden yapılır.
- Ortalama ve standart sapma her bir grup ölçüm için hesaplanır.
- Bileşik standart belirsizlik havuz standart sapma formülü ile toplanır

- Örnek: A,B,C olarak 3 seri ölçüm alındığı varsayılırsa;

- Adım 1

$$s_r = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)s_1^2 + (n_2 - 1)s_2^2 + (n_3 - 1)s_3^2}{n_1 + n_2 + n_3 - 3}}$$

$$s_r = \sqrt{\frac{s_1^2 + s_2^2 + s_3^2}{3}}$$

NMKL NO:8 YAKLAŞIMI

- A,B,C serileri sonuçları arasında yüksek farklar bulunup bulunmadığının belirlenmesi için, serilerin ortalamalarının ortalamaları ve standart sapmalarının alınarak hesap yapılır.
- Adım 2

$$y = \frac{x_1 + x_2 + x_3}{3} \quad s_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - y)^2}{3}}$$

$$s_L^2 = s_x^2 - \frac{s_r^2}{n}$$

Gruplar arasındaki varyans

NMKL NO:8 YAKLAŞIMI

- Standart belirsizlik ve ölçüm belirsizliğinin hesaplanması
- Adım 3 – Standart belirsizlik

$$u = s_R = \sqrt{s_r^2 + s_L^2}$$

- Adım 4 – Ölçüm belirsizliği, U

$$U = 2 \times u$$

NMKL NO:8 1- LABORATUVAR İÇİ ARA KESİNLİK

- 1 matris, 1 seviye, bir çok analist, 10 tekrar

$$y = \frac{X_1 + X_2 + X_3}{3}$$

$$s_y = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - y)^2}{3}}$$

$$s_L^2 = s_x^2 - \frac{s_r^2}{n}$$

| Seriler: Analistler, Parti, Gün | I. Analist | II. Analist | III. Analist | IV. Analist | V. Analist |
|--|-------------------------|----------------|-----------------|----------------|---------------|
| Tekrarlar | log ₁₀ kob/g | | | | |
| 1 | 3,67 | 3,79 | 3,61 | 3,78 | 3,80 |
| 2 | 3,66 | 3,76 | 3,72 | 3,84 | 3,77 |
| 3 | 3,72 | 3,85 | 3,59 | 3,73 | 3,74 |
| 4 | 3,85 | 3,86 | 3,68 | 3,49 | 3,00 |
| 5 | 3,70 | 3,90 | 3,54 | 3,57 | 3,96 |
| 6 | 4,02 | 3,60 | 3,90 | 3,51 | 4,05 |
| 7 | 3,87 | 3,86 | 3,96 | 3,77 | 3,81 |
| 8 | 3,90 | 3,89 | 3,87 | 3,71 | 4,08 |
| 9 | 3,74 | 3,82 | 4,01 | 3,80 | 3,93 |
| 10 | 3,45 | 3,86 | 3,86 | 3,70 | 3,71 |

| Seriler: Analistler, Parti, Gün | I. Analist | II. Analist | III. Analist | IV. Analist | V. Analist |
|--|---------------|----------------|-----------------|----------------|-----------------|
| x (log ₁₀ kob/g) | 3,76 | 3,82 | 3,77 | 3,69 | 3,79 |
| s _r (log ₁₀ kob/g) | 0,16 | 0,09 | 0,17 | 0,12 | 0,30 |
| S _r - havuz | 0,14 | | | | Hariç bırakılır |
| y (log ₁₀ kob/g) | 3,76 | | | | |
| s _x (log ₁₀ kob/g) | 0,053 | | | | |
| s _L (log ₁₀ kob/g) | 0,00096 | | | | |
| u = s _R (log ₁₀ kob/g) | 0,14 | | | | |
| U (log ₁₀ kob/g) | 0,28 | | | | |

NMKL NO:8 2- LABORATUVAR İÇİ ARA KESİNLİK

- 3 matris, farklı seviyeler,
2 analist, 10 tekrar

| Seriler/ Analistler | 1. Analist | | | | | | 2. Analist | | | | | |
|------------------------|------------|-------------------|-------|-------------------|----------|-------------------|------------|-------------------|-------|-------------------|----------|-------------------|
| Matriks | Peynir | | Marul | | Pastırma | | Peynir | | Marul | | Pastırma | |
| Örnek | kob/g | Log ₁₀ | kob/g | Log ₁₀ | kob/g | Log ₁₀ | kob/g | Log ₁₀ | kob/g | Log ₁₀ | kob/g | Log ₁₀ |
| 1 | 6600 | 3,81 | 3500 | 3,54 | 7200 | 3,86 | 8800 | 3,76 | 3400 | 3,53 | 8200 | 3,79 |
| 2 | 6000 | 3,78 | 4000 | 3,60 | 7600 | 3,88 | 5400 | 3,73 | 2800 | 3,45 | 5500 | 3,81 |
| 3 | 5400 | 3,73 | 3000 | 3,48 | 7100 | 3,85 | 6200 | 3,79 | 3500 | 3,54 | 5900 | 3,77 |
| 4 | 5000 | 3,70 | 2800 | 3,45 | 6800 | 3,83 | 5500 | 3,74 | 2700 | 3,43 | 6100 | 3,79 |
| 5 | 5800 | 3,76 | 3600 | 3,56 | 7900 | 3,90 | 6200 | 3,79 | 2500 | 3,41 | 6300 | 3,80 |
| 6 | 6500 | 3,81 | 3800 | 3,58 | 7100 | 3,85 | 5300 | 3,72 | 3200 | 3,51 | 6000 | 3,78 |
| 7 | 6200 | 3,79 | 2700 | 3,43 | 7200 | 3,89 | 5100 | 3,71 | 3500 | 3,54 | 5800 | 3,76 |
| 8 | 6800 | 3,83 | 4300 | 3,63 | 7500 | 3,88 | 6000 | 3,77 | 3800 | 3,59 | 6400 | 3,81 |
| 9 | 6800 | 3,83 | 4500 | 3,65 | 7800 | 3,89 | 4000 | 3,69 | 3100 | 3,49 | 6300 | 3,80 |
| 10 | 5600 | 3,75 | 3400 | 3,53 | 6900 | 3,84 | 5700 | 3,76 | 3300 | 3,52 | 6400 | 3,81 |

| Seriler/Analistler | 1. Analist | | | 2. Analist | | |
|--|------------|-------|----------|------------|-------|----------|
| Matriks | Peynir | Marul | Pastırma | Peynir | Marul | Pastırma |
| ortalama log ₁₀ kob/g | 3,78 | 3,55 | 3,87 | 3,75 | 3,50 | 3,79 |
| s _r log ₁₀ kob/g | 0,044 | 0,076 | 0,023 | 0,034 | 0,056 | 0,016 |

| Matriks | Peynir | Marul | Pastırma |
|---|---|-------|----------|
| ortalama = $\frac{x_1 + x_2}{2}$ | $\frac{3,78 + 3,75}{2} = 3,76$ | 3,52 | 3,83 |
| $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$ | $\sqrt{\frac{(3,78-3,76)^2 + (3,75-3,76)^2}{1}} = 0,023$ | 0,031 | 0,053 |
| $s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n s_{r_i}^2}{i}}$ | $\sqrt{\frac{0,044^2 + 0,076^2 + 0,023^2 + 0,034^2 + 0,056^2 + 0,016^2}{6}} = 0,042$ | | |
| $s_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n s_L^2}{i}}$ | $\sqrt{\frac{0,023^2 + 0,031^2 + 0,053^2}{3}} = 0,035 \text{ log}_{10} \text{ kob/g}$ | | |
| $s_L = \sqrt{s_x^2 - \frac{s_r^2}{n}}$ | $\sqrt{0,035^2 - \frac{0,042^2}{10}} = 0,033$ | | |
| $u = s_R = \sqrt{s_r^2 + s_L^2}$ | $\sqrt{0,042^2 + 0,033^2} = 0,054$ | | |
| $U = 2 \times u$ | $2 \times 0,054 = 0,11$ | | |

NMKL NO:8 3- KOLLABORATİF ÇALIŞMA

| Matriks | | Tekrarüretilebilirlik | | | |
|----------|----------------|-----------------------|------|------|------|
| Peynir | Laboratuvar no | 14 | 14 | 12 | 13 |
| | sR | 0,17 | 0,31 | 0,15 | 0,24 |
| Somon | Laboratuvar no | 14 | 14 | 12 | 13 |
| | sR | 0,39 | 0,24 | 0,24 | 0,28 |
| Pastırma | Laboratuvar no | 14 | 14 | 13 | 14 |
| | sR | 0,19 | 0,31 | 0,17 | 0,15 |

- Değişik seviyedeki mikroorganizma içeren kör(blind) numuneler, farklı laboratuvarlarda aynı zamanda çalışılır.

$$u = \sqrt{\frac{\sum (n_i - 1) sR_i^2}{\sum (n_i - 1)}}$$

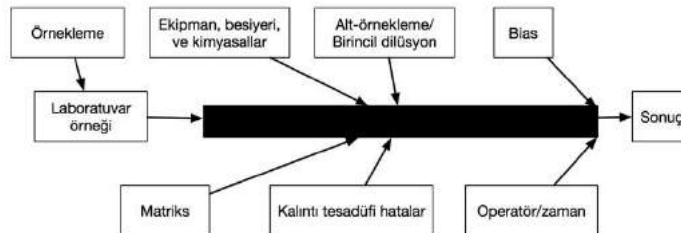
$$\sqrt{\frac{(13 \times 0.17^2) + (13 \times 0.31^2) + (11 \times 0.15^2) + (12 \times 0.24^2) + \dots + (12 \times 0.17^2) + (13 \times 0.15^2)}{13 + 13 + 11 + 12 + 13 + 13 + 11 + 12 + 13 + 13 + 12 + 14}} = 0.270$$

$$u = 0.270 \log_{10} \text{ kob/g}$$

$$U = 2 \times u = 0.54 \log_{10} \text{ kob/g}$$

ISO/TS 19036

- Belirsizlik, global yaklaşıma uygun olarak tekrarüretilebilirlik standart sapması üzerinden hesaplanır.
- Global yaklaşım test sonuçlarına yansıyan analitik süreçlerin tüm değişkenlerine dayanmaktadır. Yani tesadüfi bileşenler (kesinlik) ve sistematik komponentleri (bias) kapsar.
- Mikrobiyolojik analizlerde sadece **kesinlik** değerlendirmeye alınır (Ampirik metot).
- Global yaklaşım "kara-kutu" olarak tanımlanmaktadır.



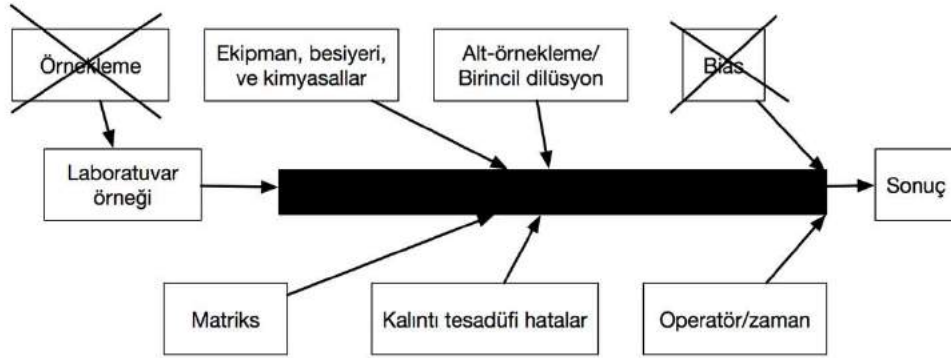
ISO/TS 19036 1- LABORATUVAR İÇİ TEKRARÜRETEBİLİRLİK

- ISO 5725-3 standardında belirtilen ara kesinlik koşullarında çalışma yapılır.
- Matrisin ölçüm belirsizliğine olan etkisi göz ardı edilmemelidir. Bu nedenle laboratuvar örneklerinden alt- örnekleme çalışma protokolünde atlanmaması gereken bir noktadır.
- Her bir matrikste 10 örnek çalışılmalıdır.
- Operasyonel varyasları içermesi için protokolün tekrarları farklı günlerde yapılmalıdır.
- Bu aynı zamanda verilerin belirli bir zamana yayılması sağlanmış olur.
- Matris çeşitliliği güncel hayatta karşılaşılan matrislere göre belirlenmelidir.
- Hesaplanan belirsizlik güncel matris çeşitliliğini ve mikroorganizma seviyesini içermelidir.
- Sonuçların log-çevrimi tekrarüretebilirlik varyansının, mikroorganizma seviyesine göre değişimini sabitler.
- Bu şekilde her mikroorganizma seviyesi için tekrarüretebilirlik standart sapmasının hesaplanmasına gerek kalmaz.

ISO/TS 19036 1- LABORATUVAR İÇİ TEKRARÜRETEBİLİRLİK

- Hesaplama yaparken mümkün olduğunca doğal kontamine örnek kullanılmalıdır.
- Mikroorganizmaların fizyolojik durumu (örneğin stresli) sonuçların çeşitliliğini etkiler.
- Zenginleştirilmiş (spike) örnek kullanıldığında gerçek örneği yansıtmalıdır (stres, normal flora, yarışmalı flora vb.).
- Hesaplama yeterli koloni sayısının kullanılmasına dikkat edilmelidir. Bu protokole hesaplamaya 10 koloniden düşük olanlar dahil edilmemelidir.
- Sayımda hesaplanan $s_R > 0.2 \log_{10}$ (kob/g, kob/ml) sağlıyorsa 10-30 arası koloniler dahil edilebilir. 10 veya 30 koloni tüm plakaların toplamı olarak düşünülmalıdır (Σc).
- Tüm sonuçların \log_{10} çevrimi hesaplamalar öncesinde yapılmalıdır.

ISO/TS 19036 1- LABORATUVAR İÇİ TEKRARÜRETEBİLİRLİK



ISO/TS 19036 1- LABORATUVAR İÇİ TEKRARÜRETEBİLİRLİK



Koşul A ve B mümkün olduğu kadar çok değişken içermelidir

- Teknisyen,
- Besiyeri lotları,
- Reaktif lotları,
- Vorteks mikser,
- pH metre,
- İnkübatör,
- Analiz süresi vb.
- Eğer örnek içindeki kontaminasyon stabil kalabiliyorsa A ve B koşulu değişik günleride içermelidir.

Her bir örnek için analistlerin her biri birer porsiyon alır ve bundan ilk süspansiyonu hazırlar, rutin analiz yapılır (seri dilüsyonlar 1 veya 2 plakaya ekim yapılır).

Bazı durumlarda işler paylaşılmaktadır bu durumda operatör bir ekip olabilir. Tüm ekip kendine verilen görevi yapar.

Ancak görev değişiklikleri yeni bir operatör olarak değerlendirilir.

ISO/TS 19036 1- LABORATUVAR İÇİ TEKRARÜRETEBİLİRLİK

| i | xiA | xiB | yiA=log ₁₀ (xiA) | yiB=log ₁₀ (xiB) | $\frac{(y_{iA} - y_{iB})^2}{2}$ |
|----|---------|---------|-----------------------------|-----------------------------|---------------------------------|
| 1 | 6,7E+04 | 8,7E+04 | 4,83 | 4,94 | 0,0064 |
| 2 | 7,1E+06 | 6,2E+06 | 6,85 | 6,79 | 0,0017 |
| 3 | 3,5E+05 | 4,4E+05 | 5,54 | 5,64 | 0,0049 |
| 4 | 1E+07 | 4,3E+06 | 7,00 | 6,63 | 0,0672 |
| 5 | 1,9E+07 | 1,7E+07 | 7,28 | 7,23 | 0,0012 |
| 6 | 2,3E+05 | 1,5E+05 | 5,36 | 5,18 | 0,0172 |
| 7 | 5,3E+08 | 4,1E+08 | 8,72 | 8,61 | 0,0062 |
| 8 | 1E+04 | 1,2E+04 | 4,00 | 4,08 | 0,0031 |
| 9 | 3E+04 | 1,3E+04 | 4,48 | 4,11 | 0,0659 |
| 10 | 1,1E+08 | 2,2E+08 | 8,04 | 8,34 | 0,0453 |

$$s_R = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{(y_{iA} - y_{iB})^2}{2}}$$

y_{iA} = log çevrilmiş veri, log₁₀ (kob/g) veya log₁₀ (kob/ml)

i = örnek sayısı, $i = 1$ den n ($n \geq 10$)

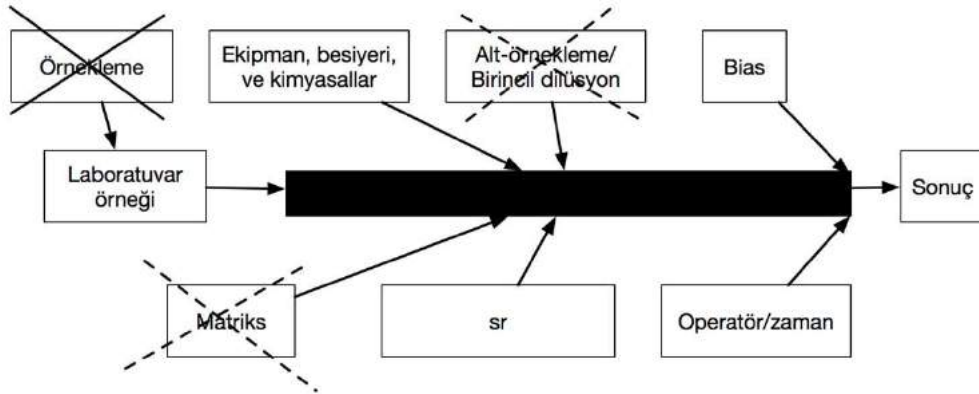
j = tekrarüretebilirlik kosulu sayısı $j = A$ veya B

$$s_R = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{(y_{iA} - y_{iB})^2}{2}} = \sqrt{\frac{0.0064 + 0.0017 + \dots + 0.0453}{10}} = \sqrt{0.0234} = 0.15(\log_{10})\text{kob/g}$$

ISO/TS 19036 2- KOLLABORATİF ÇALIŞMA

- Standart içinde tekrarüretebilirlik standart sapmasının hesaplanması için ikinci yöntem olarak laboratuvarlar arası çalışma önerilmektedir.
- Bu yöntemin kullanılabilmesi için;
 - Laboratuvar sapması, laboratuvarlar arası çalışmadan elde edilen tekrarlanabilirlik, tekrarüretebilirlik temelinde beklenenlerle uyumlu olmalıdır,
 - Laboratuvar içi ölçümlerle elde edilmiş kesinlik, laboratuvarlar arası çalışmada elde edilen tekrarlanabilirlik, tekrarüretebilirlik temelinde beklenenlerle uyumlu olmalıdır,
 - Laboratuvarlar arası çalışma özellikle örnek hazırlama ve homojenizasyonu dahil tüm belirsizlik kaynaklarını kapsamalıdır.
- Bu koşulların yerine getirilip getirilmediği ve laboratuvarlar arası çalışmanın kapsamadığı ek faktörler hakkında bilgi ISO/TS 21748 içinde belirtilmiştir.

ISO/TS 19036 2- KOLLABORATİF ÇALIŞMA



Alt-örnekleme ve matriks etkisinin dahil olması düzenlenen çalışmaya göre değişiklik göstermektedir. Bu yaklaşım laboratuvara sapmanın hesaplanmasını olarak verir ancak bu standartta bu kısım hakkında bilgi verilmemektedir.

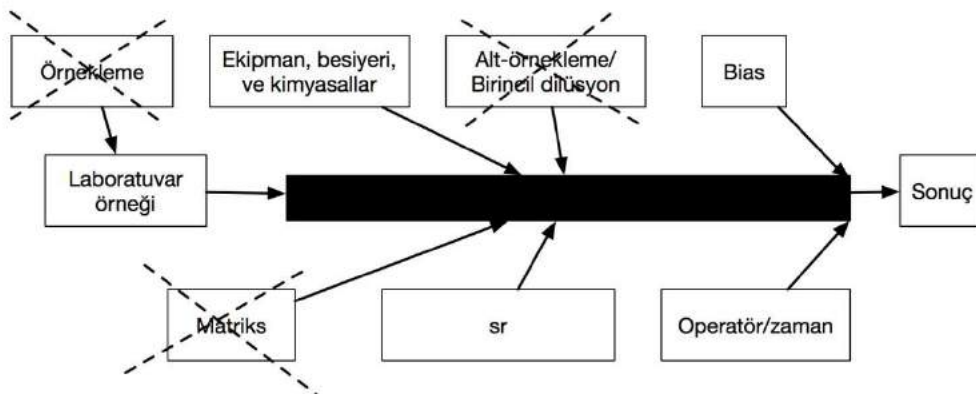
ISO/TS 19036 2- KOLLABORATİF ÇALIŞMA

- Bu yaklaşımın gıda mikrobiyolojisi için uygulanmasının sınırlayıcı yanları vardır. Bu nedenle ikinci seçenek olarak düşünülmelidir.
- Laboratuvarlara arası çalışma belirli matriks kombinasyonları, mikroorganizma suşları, kontaminasyon seviyeleri ve belirli doğal florayı içecek şekilde yapılmaktadır. Laboratuvarın çalışacağı matriksleri temsil etmeyebilir.
- Tüm metotların laboratuvarlar arası çalışması bulunmamaktadır.
- Laboratuvarlara gönderilecek örnekler homojen olmalıdır. Bu nedenle doğal olarak bulunan çeşitlilik burada bulunmayacak ve belirsizlik daha düşük çıkacaktır.

ISO/TS 19036 3- YETERLİLİK TESTİ

- Laboratuvar yeterlilik testlerine katılırsa, testin tekrarüretilebilirlik standart sapması ölçüm belirsizliğinin hesabında kullanılabilir.
- Bunun için;
 - Laboratuvar katıldığı yeterlilik testinde rutinde kullandığı metodu kullanmalıdır
 - Yeterlilik çevriminde kullanılan örnek rutin analiz edilen örneklerin özelliklerini taşımalıdır (mikroorganizma seviyesi, matriks vb.)
 - Katılınan çevrimde kullanılan metod ile ilgili yeterli sayıda katılımcı bulunmalıdır.
- Laboratuvar çevrimlere katılarak ölçüm belirsizliğinin sapma (bias) bileşenini belirleyebilir. Ancak standart bu konuda bilgilendirme yapmamaktadır.

ISO/TS 19036 3- YETERLİLİK TESTİ



ISO/TS 19036 GENİŞLETİLMİŞ BELİRSİZLİK

- Petrilerde koloni oluşturan partikül sayısının Poisson dağılımı gösterdiği varsayılır. Bu tesadüfi hata genişletilmiş ölçüm belirsizliği hesaplanırken dikkate alınmalıdır.

$$\text{Esitlik 1} \quad U = 2 \sqrt{s_R^2 + \frac{0.18861}{\sum C}}$$

$0.18861 / \sum C =$ Poisson dağılımından gelen

$\sum C =$ Tüm petrilerde sayılan toplam koloni sayısı

$$\text{Esitlik 2} \quad U = 2s_R$$

$$C_{\text{lim}} = \frac{(\log_{10} e)^2}{s_R^2 \times ((1 - 0.05)^{-2} - 1)} \approx \frac{1.75}{s_R^2}$$

$$\sum C > C_{\text{lim}} \quad \text{Esitlik 2}$$

$$\sum C \leq C_{\text{lim}} \quad \text{Esitlik 1}$$

ISO 29201

- Standart **bileşen yaklaşımı** ve **modifiye global yaklaşımı** kapsar.
- Bu teknik adımların her biri operasyonel değişkenlerden etkilenmektedir.
- Analiz sonucunun belirsizliğini süspansiyondaki partiküllerin tesadüfi dağılımdan etkilenmektedir (iç değişkenler).
- Bu nedenlerden dolayı standart iki bileşenli modeli ortaya sürmektedir.

$$u_c^2(y) = u_o^2 + u_d^2$$

$u_o =$ Standart operasyonel belirsizlik

$u_d =$ Varsayılan dağılım belirsizliği

$$u_{c,rel}(y) = \sqrt{u_{o,rel}^2 + u_{d,rel}^2}$$

ISO 29201

Operasyonel Belirsizlik Kaynakları

Alt örnekleme ve karıştırma

Dilüsyon

Test porsiyonunun besi ortamına aktarımı

Inkübasyon sırasında gelişme

Hedef organizmaların sayımı ve doğrulaması



Standart laboratuvar içi tekrar üretilebilirlik (ara kesinlik) koşullarında ölçüm belirsizliğinin hesaplanmasına odaklanmıştır.

OPERASYONEL BELİRSİZLİKLERİN GLOBAL YAKLAŞIM İLE HESAPLANMASI

- Bir ölçümün sonucunu etkileyen tüm miktarların değişkenliği sağlanırsa, belirsizlik istatistiksel ortalama ile hesaplanabilir.
- Bu etki eden miktarların iyi bir öngörü ile belirlenmesi yanında bunlar arasında gerçek ile uyumlu bir değişkenliğinde yaratılmasını gerektirir.
- Tüm analitik prosesin başlangıç dilüsyonundan, son sayıma kadar bağımsız çift olarak çalışılması fikrine dayanır.
- Mümkün olduğu ölçüde doğal kontamine örnek ile çalışılır.
- ISO 29201:2012 ile ISO/TS 19036 arasında fark hesaplama konusundaki modifikasyondur.
- Kesinliğin hesaplanması için orijinal kaynakta 10 tekrar istenirken ve bu sayı yeterli verinin sağlanması için uygun olduğu halde bu standartta 30 çalışma istenilmektedir.
- Global yaklaşım her bir hedef mikroorganizma ve matriks için ayrı hesaplanmalıdır.
- Orijinal yaklaşımda dağılımdan kaynaklı iç faktörler bulunmamaktadır. Bu nedenle düşük konsantrasyonlar ve EMS metotları için yaklaşım yeterli görülmemektedir.

| Örnek No | Diüsyon | n_{c1} | n_{c2} | $\lg n_{c1}$ | $\lg n_{c2}$ | u_{R^2} | u_{d^2} | u_o^2 |
|----------|---------|----------|----------|--------------|--------------|-----------|-----------|---------|
| 1 | -4 | 5 | 8 | 0,6990 | 0,9031 | 0,0208 | 0,0290 | -0,0082 |
| 2 | -3 | 15 | 11 | 1,1761 | 1,0414 | 0,0091 | 0,0145 | -0,0054 |
| 3 | -4 | 11 | 19 | 1,0414 | 1,2788 | 0,0282 | 0,0126 | 0,0156 |
| 4 | -6 | 21 | 39 | 1,3222 | 1,5911 | 0,0361 | 0,0063 | 0,0299 |
| 5 | -5 | 68 | 45 | 1,8325 | 1,6532 | 0,0161 | 0,0033 | 0,0127 |
| 6 | -4 | 151 | 203 | 2,1790 | 2,3075 | 0,0083 | 0,0011 | 0,0072 |
| Ortalama | | | | | | 0,0198 | 0,0111 | 0,0086 |

$u_o^2 = u_R^2 - u_d^2 = 0.0198 - 0.0111 = 0.0087$
 $u_{o,rel}^2 = 5.302 \times 0.0086 = 0.0456$
 $u_{o,rel} = \sqrt{0.0456} = 0.208 \approx \%21$

Operasyonel belirsizlik

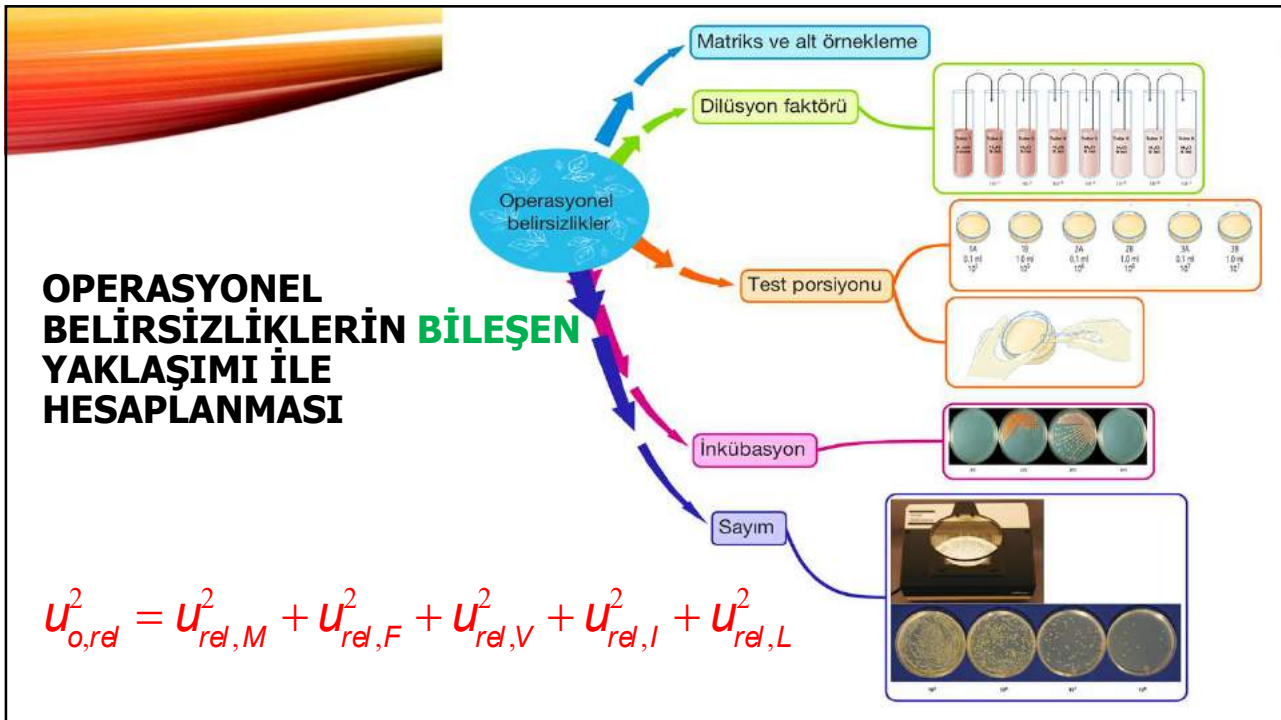
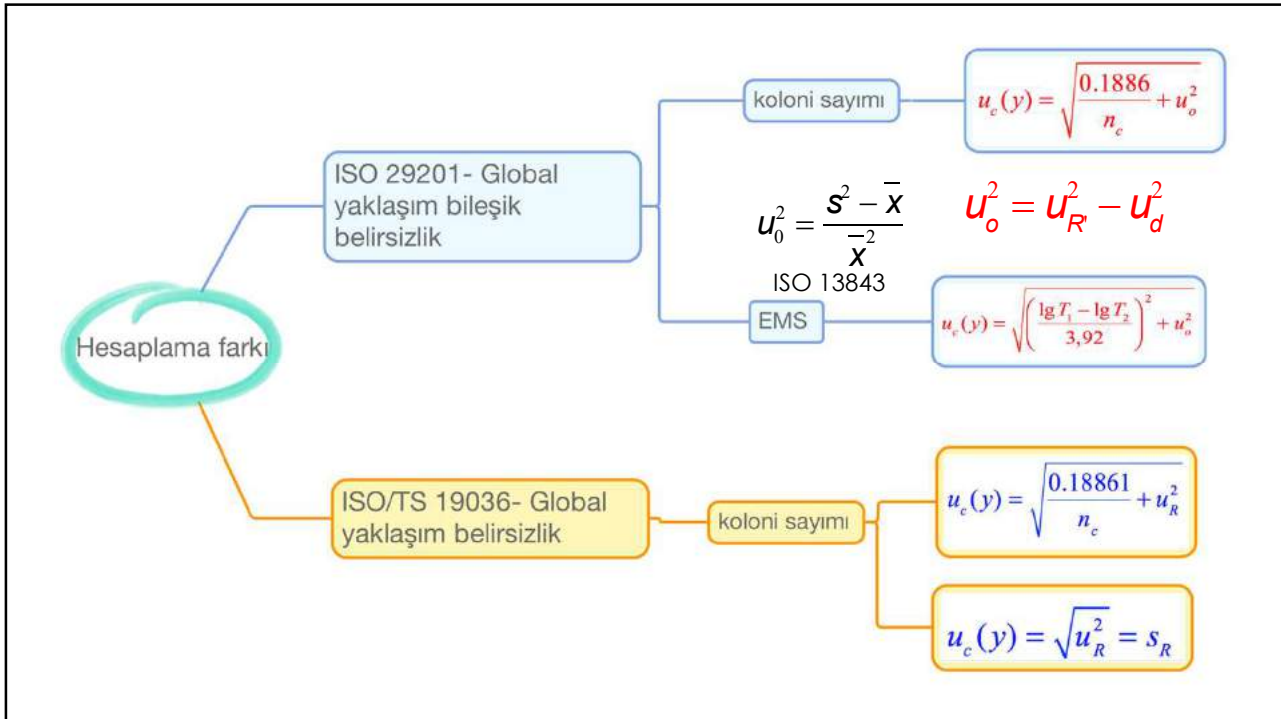
$u_o^2 = u_R^2 - u_d^2$
 $u_R^2 = \frac{(\lg n_{c1} - \lg n_{c2})^2}{2}$
 n_{c1} = ilk tekrardaki koloni sayısı
 n_{c2} = ikinci tekrardaki koloni sayısı
 $u_{d1}^2 = \frac{2 \times 0.1886}{n_{c1} + n_{c2}} = \frac{0.1886}{n_{c1}}$
 n_{c1} = koloni sayılarının ortalaması
 $u_d^2 = \frac{\sum_{i=1}^n u_{di}^2}{n}$
 n = örnek sayısı

| Örnek no | x_1 | $T_{0,1}$ | $T_{1,1}$ | x_2 | $T_{0,2}$ | $T_{1,2}$ | u_{R^2} | u_{d1^2} | u_{d2^2} | u_d^2 | u_o^2 |
|----------|-------|-----------|-----------|-------|-----------|-----------|-----------|------------|------------|---------|---------|
| 1 | 42,9 | 29,7 | 62,5 | 53,1 | 37,5 | 76,2 | 0,0043 | 0,0068 | 0,0062 | 0,0065 | -0,0022 |
| 2 | 22,2 | 14,1 | 35,2 | 28,8 | 19 | 43,9 | 0,0064 | 0,0103 | 0,0086 | 0,0094 | -0,0031 |
| 3 | 25,4 | 16,5 | 39,4 | 27,1 | 17,7 | 41,6 | 0,0004 | 0,0093 | 0,0090 | 0,0091 | -0,0087 |
| 4 | 23,8 | 15,3 | 37,3 | 45,3 | 31,5 | 65,6 | 0,0391 | 0,0097 | 0,0066 | 0,0082 | 0,0309 |
| 5 | 65,9 | 47,2 | 93,7 | 50,4 | 35,4 | 72,5 | 0,0068 | 0,0058 | 0,0063 | 0,0060 | 0,0007 |
| Ortalama | | | | | | | 0,0114 | | | 0,0079 | 0,0035 |

$u_o^2 = u_R^2 - u_d^2 = 0.0114 - 0.0079 = 0.0035$
 $u_{o,rel}^2 = 5.302 \times 0.0035 = 0.0185$
 $u_{o,rel} = \sqrt{0.0185} = 0.136 = \%13,6$

Operasyonel belirsizlik MPN

$u_o^2 = u_R^2 - u_d^2$
 $u_R^2 = \frac{(\lg x_1 - \lg x_2)^2}{2}$
 x_1 = ilk tekrardaki koloni sayısı
 x_2 = ikinci tekrardaki koloni sayısı
 $u_{d1}^2 = \left(\frac{\lg T_{0,1} - \lg T_{1,1}}{3.92} \right)^2$
 $u_{d2}^2 = \left(\frac{\lg T_{0,2} - \lg T_{1,2}}{3.92} \right)^2$
 $u_d^2 = \frac{u_{d1}^2 + u_{d2}^2}{2}$





ALT ÖRNEKLEME BELİRSİZLİĞİ

- Alt örnekleme varyansı aynı zamanda matriks etkisi olarak da tanımlanmaktadır.
- İki yada daha fazla sayıda ilk süspansiyonun, çift olarak çalışılması ile hesaplanır.
- Çalışmanın düşük seviyeleri içerecek şekilde yapılması önemlidir.
- Güvenilir bir ortalama elde edilebilmesi için aynı tip örnekte en az 10 farklı numunede analiz baştan sona tekrarlanmalıdır.
- Değişik kişiler değişik örnekleri çalışabilir. Ancak tercihen tekrarlanabilirlik koşullarının sağlanması istenir.
- Bir örneğe ait okumaların bir kişi tarafından yapılması sağlanmalıdır.
- Laboratuvar örneği iyice homojenize edilir 'k' adet tesadüfi olarak alt örnek oluşturulur ve her bir alt örnek 'n' defa tekrar edilir (min 2).
- Sonuçların logaritmik olarak çevrimi değişik mikroorganizma yükü için önerilmektedir.
- Doğal logaritmanın kullanımı direk bağıl varyansın elde edilmesi nedeniyle bazı durumlar için bayağı logaritmadan daha doğru olur.
- Hesaplama her bir numune için yapıldıktan sonra ortalamaları alınır.

| Alt örnek | Dilüsyon serisi | Sayılan değer | ln nc | (ln nc)2 | Alt örneklerin toplamının doğal Logaritması (ln nc) | Alt örneklerin toplamının doğal logaritmasının (ln nc) karesi |
|---------------|-----------------|---------------|----------------|-----------------|---|---|
| 1 | 1 | 34 | 3,5264 | 12,4352 | | |
| | 2 | 45 | 3,8067 | 14,4907 | 7,3330 | 53,7732 |
| 2 | 1 | 50 | 3,9120 | 15,3039 | | |
| | 2 | 61 | 4,1109 | 16,8993 | 8,0229 | 64,3669 |
| 3 | 1 | 60 | 4,0943 | 16,7637 | | |
| | 2 | 72 | 4,2767 | 18,2899 | 8,3710 | 70,0738 |
| 4 | 1 | 82 | 4,4067 | 19,4192 | | |
| | 2 | 70 | 4,2485 | 18,0497 | 8,6552 | 74,9127 |
| 5 | 1 | 58 | 4,0604 | 16,4872 | | |
| | 2 | 64 | 4,1589 | 17,2963 | 8,2193 | 67,5573 |
| 6 | 1 | 40 | 3,6889 | 13,6078 | | |
| | 2 | 59 | 4,0775 | 16,6263 | 7,7664 | 60,3172 |
| Toplam | | | 48,3679 | 195,6692 | | 391,0012 |

n

2

k

6

Toplam doğal logaritma değeri

48,3679

Doğrulama değeri (CT), tcorr

194,9544

Toplam Karelerin toplamı

0,7148

Altörnekler arası kareler toplamı

0,5462

Grup içi varyasyon

0,1686

$$t_{corr} = \frac{\sum \ln n_c}{nk} = \frac{(48,3679)^2}{2 \times 6} = 194,9545$$

$$SS = \sum (\ln n_c)^2 - t_{corr} = 195,669 - 194,9545 = 0,7148$$

$$= \frac{391,000}{n} - t_{corr} = \frac{391,0}{2} - 194,9545 = 0,545$$

n

2

k

6

Toplam doğal logaritma değeri

48,3679

Doğrulama değeri (CT), tcorr

194,9544

Toplam Karelerin toplamı

0,7148

Altörnekler arası kareler toplamı

0,5462

Grup içi varyasyon

0,1686

$$t_{corr} = \frac{\sum \ln n_c}{nk} = \frac{(48,3679)^2}{2 \times 6} = 194,9545$$

$$SS = \sum (\ln n_c)^2 - t_{corr} = 195,669 - 194,9545 = 0,7148$$

$$= \frac{391,000}{n} - t_{corr} = \frac{391,0}{2} - 194,9545 = 0,545$$

Analysis of Variance (One-Way)

Summary

| Groups | Sample size | Sum | Mean | Variance |
|--------|-------------|---------|---------|----------|
| 1 | 2 | 7,33302 | 3,66651 | 0,03928 |
| 2 | 2 | 8,0229 | 4,01145 | 0,01977 |
| 3 | 2 | 8,37101 | 4,18551 | 0,01662 |
| 4 | 2 | 8,65521 | 4,32761 | 0,01252 |
| 5 | 2 | 8,21933 | 4,10966 | 0,00485 |
| 6 | 2 | 7,76642 | 3,88321 | 0,07553 |

$$s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$$

$$s_L^2 = \frac{s_d^2 - s_r^2}{n}$$

$$s_d^2 = s_{gr}^2$$

$$s_r^2 = s_m^2$$

ANOVA

| Source of Variation | SS | df | MS | Hesaplama | F | p-level | F crit |
|---------------------|---------------------------------|--------------|---------------|-----------------|--------------------------|---------|---------|
| Between Groups sd | 0,54622 | (k-1)=5 | 0,1091 | $s^2 + n s_0^2$ | (= 0,10924/0,02809) 3,87 | 0,064 | 4,38737 |
| Within Groups sr | (=0,71479-0,54622) 0,169 | (kx(n-1)=6) | 0,0282 | s^2 | | | |
| Total | 0,71479 | ((kx)n)-1=11 | | | | | |

$$s_L^2 = \frac{0,1091 - 0,0282}{2} = 0,0405$$

$$u_{rel,M} = \sqrt{s_L^2} = \sqrt{0,0405} = 0,20 = \%20$$

TEST PORSİYONUNUN BELİRSİZLİĞİ

- Son test porsiyonundaki analit konsantrasyonunun belirsizliğinin belirlenebilmesi için toplam test porsiyonundaki belirsizliğin bilinmesi gerekir.
- Bunun için petrilere aktarılan bir yada daha fazla sayıda dilüsyon hacmi kullanılır.
- Hacim ölçümlerinin bağıl tekrarlanabilirliği ve ara kesinliği distile yada deiyonize suyun tartım sonuçları üzerinden hesaplanır.
- Minimum 20 ölçüm üzerinden ortalama, standart belirsizlik ve bağıl standart belirsizlik hesaplanır.
- Ara kesinlik hesabında değişik analistlerin tartım sonuçları toplu olarak kullanılır.

| | Ölçüm sonuçları | | Doğal logaritma | | Bayağı logaritma | | |
|----------------------------|-----------------|--------|-----------------|---------|------------------|---------|----------------------------|
| | Va | Vb | In Va | In Vb | Ig Va | Ig Vb | |
| | 0,105 | 0,107 | -2,2538 | -2,2349 | -0,9788 | -0,9706 | |
| | 0,113 | 0,116 | -2,1804 | -2,1542 | -0,9469 | -0,9355 | |
| | 0,109 | 0,097 | -2,2164 | -2,3330 | -0,9626 | -1,0132 | |
| | 0,103 | 0,097 | -2,2730 | -2,3330 | -0,9872 | -1,0132 | |
| | 0,115 | 0,083 | -2,1628 | -2,4889 | -0,9393 | -1,0809 | |
| | 0,123 | 0,085 | -2,0956 | -2,4651 | -0,9101 | -1,0706 | |
| Ortalama | 0,1113 | 0,0975 | | | | | |
| Standart belirsizlik | 0,0073 | 0,0126 | 0,0650 | 0,1291 | 0,0282 | 0,0561 | |
| Bağıl standart belirsizlik | 0,066 | 0,130 | 0,0650 | 0,1291 | 0,0650 | 0,1291 | Bayağı logaritma ×2,303 |

Bağıl ara kesinlik

| | Va | Vb | In Va | In Vb | Ig Va | Ig Vb |
|------------------------|---------|-------|---------|---------|---------|---------|
| | 0,105 | 0,107 | -2,2538 | -2,2349 | -0,9788 | -0,9706 |
| | 0,113 | 0,116 | -2,1804 | -2,1542 | -0,9469 | -0,9355 |
| | 0,109 | 0,097 | -2,2164 | -2,3330 | -0,9626 | -1,0132 |
| | 0,103 | 0,097 | -2,2730 | -2,3330 | -0,9872 | -1,0132 |
| | 0,115 | 0,083 | -2,1628 | -2,4889 | -0,9393 | -1,0809 |
| | 0,123 | 0,085 | -2,0956 | -2,4651 | -0,9101 | -1,0706 |
| N | 12 | | 12 | | 12 | |
| Ortalama | 0,1044 | | | | | |
| Standart sapma | 0,0122 | | 0,1212 | | 0,0526 | |
| Relatif standart sapma | 0,11697 | | 0,1212 | | 0,1212 | |
| % | 11,7 | | 12,1 | | 12,1 | |

Test porsiyonu belirsizliği

Bir tek dilüsyon üzerinden yapılan hesaplama

Aynı dilüsyondan farklı hacimler petrilere aktarılabilir. Örneğin: iki plakaya 1 ml, 2 plakaya 0,1 ml, toplam 2,2 ml

$$u_{\Sigma Y} = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + \dots + u_n^2}$$

$$u_{rel, \Sigma Y} = \frac{u_{\Sigma Y}}{\Sigma Y}$$

$$u_{rel, \Sigma Y} = \frac{u_{rel Y}}{\sqrt{n}}$$

$u_{rel Y}$ = bir test porsiyonunun bağıl belirsizliği
 n = paralel petri sayısı

Tüm hacimler aynı olduğu durumda

İki dilüsyon

$$u_{rel, \Sigma Y}^2 = \frac{1}{(f+1)^2} \left[\frac{u_{rel, Y}^2}{n} (f^2 + 1) + u_{rel, f}^2 \right]$$

DİLÜSYON FAKTÖRÜNDEN GELEN BELİRSİZLİK

$$F = f_1 f_2 \dots f_k$$

$$u_{rel,F}^2 = u_{rel,f_1}^2 + u_{rel,f_2}^2 + \dots + u_{rel,f_k}^2$$

$$u_{rel,f}^2 = \left(\frac{V_b}{V_a + V_b} \right)^2 \times (u_{rel,a}^2 + u_{rel,b}^2)$$

V_a = eklenen süspansiyonun hacmi

V_b = eklendiği kör dilüsyon hacmi

$u_{rel,a}$ = eklenen hacmin bağıl belirsizliği

$u_{rel,b}$ = eklendiği hacmin bağıl belirsizliği

| Ölçüm | Relatif belirsizlik |
|--------|---------------------|
| 25 ml | 0,01 |
| 225 ml | 0,025 |
| 1 ml | 0,016 |
| 9 ml | 0,005 |

$$u_{rel,f_1}^2 = \left(\frac{225}{25 + 225} \right)^2 \times (0.025^2 + 0.01^2) = 0.000587$$

$$u_{rel,f_2}^2 = \left(\frac{9}{1 + 9} \right)^2 \times (0.016^2 + 0.005^2) = 0.000228$$

$$u_{rel,F}^2 = 0.000587 + 0.000228 + 0.000228 + 0.000228 + 0.000228 = 0.001499$$

İNKÜBASYON BELİRSİZLİĞİ

- Petrilerde koloni oluşturan partiküllerin sayısı muhtemelen Poisson yasasını takip ederken inkübasyon sırasındaki etkiler nedeniyle aşırı dağılım şekillenebilir.
- Laboratuvarlar inkübasyon süresinin değişkenliği ve petrilerin inkübatördeki pozisyonunun etkisini değerlendirmelidir.
- Çalışma için iyice karıştırılmış test süspansiyonları hazırlanır.
- Test süspansiyonları direk ekim için uygun konsantrasyonda hedef mikroorganizma içermelidir.
- İnkübasyon etkisi dışındaki faktörleri minimize etmek için hazırlık çalışmaları tekrarlanabilirlik koşullarında yapılmalıdır.
- Her bir test süspansiyonundan 6-10 arası paralel petri hazırlanır.

İNKÜBASYON BELİRSİZLİĞİ

- Petrilere aktarılacak örnek hacmi toplam süspansiyonun %10'u geçmemelidir.
- Petriler inkübatöre rastgele şekilde yerleştirilir.
- Yerleştirme 3 raf, 6 alan (sol ön, sol arka, orta ön, orta arka, sağ ön, sağ arka) ve petri katlarına göre gruplanabilir.
- İnkübasyon sonunda petriler tek bir analist tarafından okunur.
- Toplam varyans hesaplanır ve dağılım varyansı bu değerden çıkarılır.
- Eğer okuma ve hacim belirsizliğinde etkisi anlamlı ise bunlarda çıkarılır.
- Petrilerin inkübasyonda kalma süresi minimum inkübasyon süresi ve bu süreye 0 - 8 yarım saat kadar ekleme yapılarak düzenlenebilir.

| Petri | Raf | Alan | Kat | Süre (saat) | Koloni sayısı nc |
|---------------------------------|-----|------|-----|-------------|------------------|
| 1 | 2 | 5 | 5 | 19,5 | 25 |
| 2 | 1 | 4 | 4 | 18 | 40 |
| 3 | 1 | 3 | 1 | 22 | 54 |
| 4 | 3 | 6 | 1 | 21,5 | 32 |
| 5 | 3 | 4 | 6 | 19,5 | 20 |
| 6 | 1 | 1 | 4 | 21 | 35 |
| Ortalama | | | | | 34,3333 |
| Standart sapma | | | | | 11,9778 |
| Relatif standart sapma | | | | | 0,3489 |
| Relatif varyans | | | | | 0,1217 |
| Dağılım belirsizliği | | | | | 0,0291 |
| Sayımın relatif belirsizliği %5 | | | | | 0,0025 |
| Hacim belirsizliği | | | | | 0,0025 |
| İnkübasyon belirsizliği | | | | | 0,0876 |

$$= 0,3489^2 - (0,0291 + 0,0025 + 0,0025) = 0,0876$$

SAYIMIN TEKRARLANABİLİRLİĞİ VE ARA KESİNLİK BELİRSİZLİĞİ

- Kantitatif mikrobiyolojide petrideki koloninin sayımı genellikle en önemli belirsizlik bileşenidir.
- Genel olarak bir analist kendi sonucunu yüzde birkaç kesinlikle yeniden tekrar edebilir. Ancak bu durum farklı personellerin sayımında aynı şekilde sonuçlanmaz.
- Okuma belirsizliği laboratuvarın rutin kalite kontrol programında yer alan bir çalışmadır.
- Aynı plakanın değişik analistler ve aynı analist tarafından tekrar okunması ile yürütülür.
- Personeller hedef kolonileri şekil, büyüklük, renk gibi özellikleri yardımı ile ayırt ederler. Bu nedenle oluşan belirsizlik sadece personelden değil aynı zamanda metot ve örneğe spesifiktir.
- Tekrarlanabilirlik koşullarındaki çalışma iç kalite kontrolde kullanılabilir. Ancak bileşen yaklaşımı ile ölçüm belirsizliği hesaplanmasında tekrarüretilebilirlik koşulları gereklidir.
- EMS metotlarında pozitif reaksiyonların okunması koloni sayımına göre şüphesiz daha iyi tekrarüretilebilirlik sağlar. Ancak bu okumada en küçük bir değişikliğin etkisi sonuçta büyük fark yaratabilir.

| Petri | L1 | L2 | L1-L2 | L1+L2 | $u^2_{rel,L}$ |
|--------------|------|------|-------|-------|---------------|
| 1 | 343 | 337 | 6 | 680 | 0,000156 |
| 2 | 40 | 39 | 1 | 79 | 0,000320 |
| 3 | 57 | 62 | -5 | 119 | 0,003531 |
| 4 | 399 | 397 | 2 | 796 | 0,000013 |
| 5 | 112 | 130 | -18 | 242 | 0,011065 |
| 6 | 349 | 325 | 24 | 674 | 0,002536 |
| 7 | 85 | 84 | 1 | 169 | 0,000070 |
| 8 | 129 | 122 | 7 | 251 | 0,001556 |
| 9 | 16 | 17 | -1 | 33 | 0,001837 |
| 10 | 27 | 27 | 0 | 54 | 0,000000 |
| Toplam | 1557 | 1540 | | | 0,021082 |
| $U_{re,L}^2$ | | | | | 0,002108 |
| $U_{re,L}$ | | | | | 0,0459 |
| % | | | | | 4,592 |

$$u^2_{rel,L} = 2 \times \left(\frac{L_1 - L_2}{L_1 + L_2} \right)^2$$

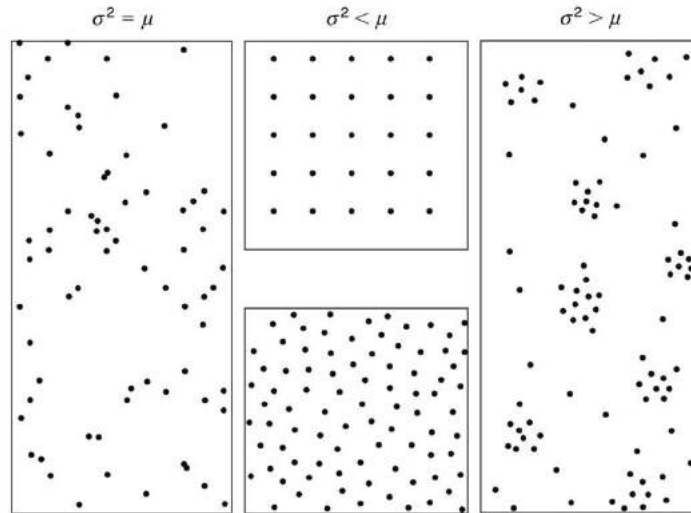
$$U^2_{rel,Lort} = \frac{\sum u^2_{rel,L}}{n}$$

| Petri | L _a | L _b | L _c | L _d | X _{ort} | S _i | U _{rel,Li} |
|--------------------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|------------------|----------------|---------------------|
| 1 | 21 | 23 | 24 | 26 | 23,5 | 2,08 | 0,089 |
| 2 | 38 | 38 | 42 | 40 | 39,5 | 1,91 | 0,048 |
| 3 | 27 | 29 | 34 | 30 | 30 | 2,94 | 0,098 |
| 4 | 16 | 22 | 19 | 21 | 19,5 | 2,65 | 0,136 |
| 5 | 33 | 25 | 33 | 38 | 32,25 | 5,38 | 0,167 |
| 6 | 67 | 65 | 74 | 66 | 68 | 4,08 | 0,060 |
| 7 | 160 | 166 | 176 | 174 | 169 | 7,39 | 0,044 |
| 8 | 89 | 81 | 94 | 92 | 89 | 5,72 | 0,064 |
| U ² _{re,L} | | | | | | | 0,009460 |
| U _{re,L} | | | | | | | 0,0973 |
| % | | | | | | | 9,726 |

| Örnek | x ₁ | x ₂ | Bağıl varyans (LN) | Varyansın bayağı logaritması (LOG10) |
|-------------------|----------------|--|--------------------|--------------------------------------|
| 1 | 3450 | 3500 | 0,0001 | 0,00002 |
| 2 | 4 | 4 | 0,0000 | 0,00000 |
| 3 | 12 | 14 | 0,0119 | 0,00224 |
| 4 | 126 | 130 | 0,0005 | 0,00009 |
| 5 | 14 | 14 | 0,0000 | 0,00000 |
| 6 | 13 | 17 | 0,0360 | 0,00679 |
| 7 | 3 | 4 | 0,0414 | 0,00780 |
| | | Ortalama | 0,0128 | 0,0024 |
| Doğal logaritma | | | | |
| U _{re,L} | 0,1133 | $U_{rel}^2 = \frac{(\ln x_1 - \ln x_2)^2}{2}$ | | |
| % | 11,33 | | | |
| Bayağı logaritma | | | | |
| U _{re,L} | 0,1133 | $U_{rel}^2 = \frac{(\lg x_1 - \lg x_2)^2}{2} \times 5.302$ | | |
| % | 11,33 | $=(0,0024^{0,5}) \times 2,303$ | | |

DAĞILIM BELİRSİZLİĞİ

1. Tesadüfi dağılım – Poisson dağılımı
2. Düzenli dağılım – Binomial dağılım
3. Yüksek dağılım – Negatif binomial dağılım



DAĞILIMIN KONTROLÜ

• Dağılımın Poisson göstergesi
$$\chi^2_{r-1} = \frac{10 \sum x_i^2}{\sum x_i} - \sum x_i$$

Dağılımın Poisson göstergesi testi elde edilen sonuçların yüksek dağılım olup olmadığını belirler. Bu durumda;

- Hesaplanan değer %5 limit değerinin altında ise; Poisson dağılımında anlamlı bir fark yoktur.

$$\chi^2_{r-1} < \chi^2_{r-1;0.05}$$

- Hesaplanan değer %5 limit değerinin üstünde ancak %1 limit değerinin altında ise; dağılım Poisson dağılımından anlamlı olarak büyüktür.

$$\chi^2_{r-1;0.05} < \chi^2_{r-1} < \chi^2_{r-1;0.01}$$

- Hesaplanan değer %1 limit değerinin üzerinde ise; dağılım Poisson dağılımından yüksek anlamlı olarak büyüktür.

$$\chi^2_{r-1;0.01} < \chi^2_{r-1}$$

DAĞILIM BELİRSİZLİĞİ

İç değişkenler
Dağılım belirsizliği

Tek plaka

$$u_{d,rel}^2 = \frac{1}{n_c} \quad RSD = \frac{s}{c} = \frac{\sqrt{c}}{c} = \sqrt{\frac{1}{c}}$$

$$u_{d(0g)}^2 = 0.1886 \times u_{d,rel}^2 = \frac{0.1886}{n_c}$$

$$u_{d,rel}^2 = \frac{1}{n_c} \left(\frac{V - V_{op}}{V} \right)$$

n_c = gözlenen koloni sayısı

V_{op} = test porsiyonu hacmi

V = toplam örnek hacmi

Kullanılan örnek hacmi laboratuvar örneğinin %5 %10 kadarsa yani büyük bir kısmı ise

Paralel petriler

$$u_{d,rel}^2 = \frac{1}{\sum n_{ci}}$$

$$u_{d(0g)}^2 = 0.1886 \times u_{d,rel}^2 = \frac{0.1886}{\sum n_{ci}}$$

$$u_{d,rel}^2 = \frac{1}{\sum n_{ci}} \left(\frac{V - V_{op}}{V} \right)$$

$\sum n_{ci}$ = gözlenen toplam koloni sayısı

V_{op} = test porsiyonu hacmi

V = toplam örnek hacmi

DAĞILIM BELİRSİZLİĞİ

İç değişkenler
Dağılım belirsizliği
EMS metotları

Güven aralıkları
üzerinden hesaplama

$$u_{d,rel} = \frac{\ln T_1 - \ln T_0}{3.92}$$

$$u_{d(0g)} = \frac{\lg T_1 - \lg T_0}{3.92}$$

T_1 = alt %95 güven limiti

T_0 = üst %95 güven limiti

Tek dilüsyon üzerinden
hesaplama

$$u(\ln M) = \frac{n_+}{\ln \left[\frac{n}{n - n_+} \right] \sqrt{nn_+(n - n_+)}}$$

$$u_{d,rel} = u(\ln M)$$

$$u_{d(0g)} = \frac{u(\ln M)}{2.303} = 0.4343u(\ln M)$$

n = toplam tüp sayısı

n_+ = pozitif tüp sayısı

DAĞILIM BELİRSİZLİĞİ

İç değişkenler
doğrulanmış koloni

$$x = \frac{n_k}{n_c} n_c = n_k$$

$$u_{rel,x} = \sqrt{\frac{1}{n_k}}$$

Tüm
kolonilerin
doğrulanması

$$x = \frac{n_k}{n_z} n_c$$

n_c = varsayılan koloni sayısı

n_z = doğrulama için seçilen koloni sayısı

n_k = doğrulanan koloni sayısı

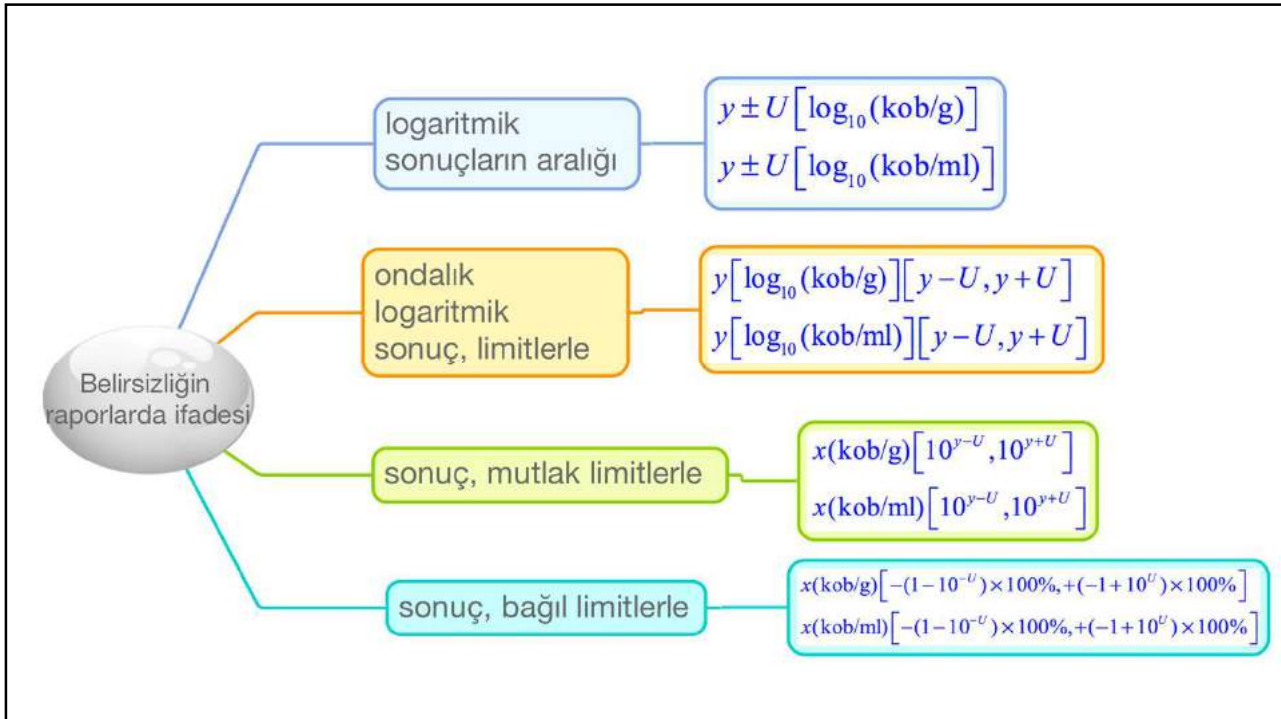
$$u_{rel,x} = \sqrt{\frac{1}{n_c} + \frac{n_z - n_k}{n_k n_z}}$$

Kısmi doğrulama

| Komponent | Sembol | Relatif standart belirsizlik | Relatif standart belirsizlik | Relatif varyans |
|-----------------------------|---------------|------------------------------|------------------------------|-----------------|
| Matriks ve alt örnekleme | M | urel,M | 0,152 | 0,023104 |
| Dilüsyon faktörü | F | urel,F | 0,0387 | 0,001498 |
| Test porsiyonu | V, ΣV | urel,V, urel, ΣV | 0,011 | 0,000121 |
| İnkübasyon | I | urel,I | 0,237 | 0,056169 |
| Sayım | L | urel,L | 0,097 | 0,009409 |
| | | Toplam | | 0,090301 |
| Dağılım ve doğrulama | d | ud,rel | 0,108 | 0,011664 |
| Toplam | | | | 0,102 |
| u _{rel} (y) | | | | 0,319 |
| % | | | | 31,932 |
| U= k x u _{rel} (y) | | | | 0,639 |

$$u_{o,rel}^2 = u_{rel,M}^2 + u_{rel,F}^2 + u_{rel,V}^2 + u_{rel,I}^2 + u_{rel,L}^2$$

$$u_{c,rel}(y) = \sqrt{u_{o,rel}^2 + u_{d,rel}^2}$$



| Doküman | Genel | Modelleme | Lab- içi | Lab-arası | YT |
|----------------------------|-------|-----------|----------|-----------|----|
| GUM | X | X | | | |
| Eurachem/CITAC | X | X | X | | |
| Eurolab Tech Rep No 1/2006 | X | X | X | | X |
| EA 4/16 | X | X | X | X | X |
| NORDTEST Tech Rep 537 | | | X | X | X |
| ISO 5725 | | | | X | |
| ISO 5725-3 | | | X | | |
| ISO 21748 | | | | X | |
| ISO 13528 | | | | | X |
| ISO/TS 21749 | | | X | | |
| ISO 11352 | | | X | | X |



TEŐEKKÖR EDERİM


TÜBİTAK
UME

MEKANİK DENEYLERDE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ UYGULAMALARI


IV. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve
Güvenliği Sempozyumu ve Sergisi

Doç.Dr. Bülent AYDEMİR
TÜBİTAK – UME
İstanbul, 2018


TMMOB Kimya Mühendisleri Odası
İstanbul Şubesi

SUNUŞUN İÇERİĞİ

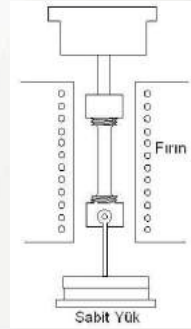
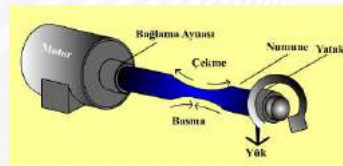
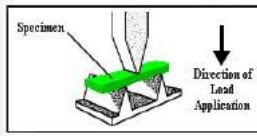
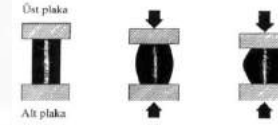
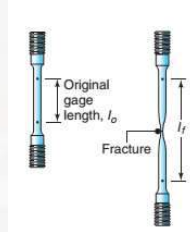
1. Giriş
2. Genel Tanımlar
3. Belirsizlik hesabı genel yaklaşımları
4. Çekme Deneyi
5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı
6. Sertlik Deneyi
7. Rockwell Sertlik deneyi belirsizlik hesabı
8. Sonuç ve öneriler

Mekanik deneyler



Bir malzemeye, belirli yönde bir kuvvet uygulanması sonucunda malzemede meydana gelen değişimlerin ölçüldüğü deneylere verilen genel bir isimdir. Malzemelerin uygulanan mekanik zorlama altındaki davranışlarına «mekanik özellikler» adı verilir.

- Çekme deneyi
- Sertlik deneyi
- Basma deneyi
- Eğme deneyi
- Yorulma deneyi
- Sürünme deneyi
- Burulma deneyi



2. Genel Tanımlar



Ölçüm Belirsizliği

Elde edilen bilgiye dayanılarak ölçülene atfedilen büyüklük değerlerinin dağılımını niteleyen, negatif olmayan, istatistiksel yöntemlerle bulunan sayısal parametredir.

NOT 1: Ölçüm belirsizliği, düzeltmeler ve ölçüm standardına atanmış büyüklük değerleri gibi sistematik etkilerden kaynaklanan bileşenler ile tanımsal **belirsizlik bileşenini içerir**. Bazen öngörülen sistematik etkilerin düzeltilmesi yerine ilgili ölçüm belirsizliği bileşenleri dahil edilir.

NOT 2: Parametre, örneğin, standart ölçüm belirsizliği olarak adlandırılan standart sapma (ya da onunun belirli katları) veya belirli kapsam olasılığına sahip olan aralığın yarı genişliği olabilir.

NOT 3: Ölçüm belirsizliği genel olarak birçok bileşeni içerir. Bu bileşenlerin bazıları, ölçüm serilerinden elde edilen büyüklük değerlerinin istatistiksel dağılımını kullanan **A tipi ölçüm belirsizliği değerlendirme yöntemiyle belirlenir ve standart sapma ile nitelendirilir**. B tipi ölçüm belirsizliği hesabı yöntemiyle belirlenen diğer bileşenler de, tecrübe ve diğer bilgilere dayalı olasılık yoğunluk fonksiyonlarından elde edilen standart sapma ile nitelendirilebilir.

2. Genel Tanımlar



Standart Ölçüm Belirsizliği: Standart sapma ile ifade edilen ölçüm belirsizliği.

Bileşik Standart Ölçüm Belirsizliği: Bir ölçüm modelinin girdi büyüklükleriyle ilişkili bütün standart ölçüm belirsizliklerinin kullanımıyla elde edilen standart ölçüm belirsizliği.

Bağıl Standart Ölçüm Belirsizliği: Standart ölçüm belirsizliğinin ölçülen büyüklük değerinin mutlak değerine oranı.

Genişletilmiş Ölçüm Belirsizliği: Bileşik standart ölçüm belirsizliğinin birden büyük bir faktör ile çarpımı

3. Belirsizlik hesabı genel yaklaşımları



2.2. A tipi ve B tipine göre belirsizliklerin sınıflandırılması

Ölçüm belirsizliği hesabında, numunelerinin ölçüm belirsizliği üzerinde "numune malzemesine bağlı" olan ve "numune malzemesine bağlı olmayan" etkenler söz konusudur. Genel olarak, örneğin bir parti içinden alınan numuneler yaklaşık olarak homojen olsalar dahi bir başka partide malzeme karışım ve alaşım oranlarındaki farklılıklar, döküm içindeki farklı yığılmalar, haddeleme yönü, soğuma hız farklılığı, soğuma ve ısıtma işlem sıcaklık ve zaman farklılıkları gibi pek çok parametre malzemenin homojenliği bozmaktadır. Bu durumda numuneler arasında farklı sonuçların alınması kaçınılmaz olmaktadır. Bunun için mümkün olduğunca aynı şartlarda elde edilmiş homojen numunelerin kullanılması, farklı laboratuvarlarda farklı makinelerle yapılacak ölçümlerin karşılaştırılabilmesi ve sonuçlar arasında büyük farklılıkların görülmeyeceği saçılmaların önüne geçilebilmesi açısından çok önemlidir.

Ölçüm belirsizliği, A tipi belirsizlik bileşeni olarak, numunelerin ölçüm verilerinden elde edilen büyüklük değerlerinin istatistiksel dağılımından belirlenir ve standart sapma ile nitelendirilir. B tipi belirsizlik bileşenleri ise belirlenen diğer bileşenlerden, tecrübe ve diğer bilgilere dayalı olasılık yoğunluk fonksiyonlarından (PDF) elde edilen standart sapma ile nitelendirilebilir. B-tipi belirsizlik hesaplama yönteminde farklı dağılım yöntemleri kullanılır. Bunlardan yaygın kullanılan dağılımlar:

- ✓ Dikdörtgen dağılım
- ✓ Üçgen dağılım
- ✓ U-tipi dağılım

Bunların detaylarına çeşitli belirsizlik hesaplama kaynaklarından ulaşılabilir[8]-[13], [2]-[6].

3. Belirsizlik hesabı genel yaklaşımları



2.3. Birleşik Belirsizlik hesabı

Bileşik belirsizlik, bir ölçümün pek çok sayıda başka değerlerden elde edilmiş sonucunun standart belirsizliği olup, bu değerlerdeki değişimin ölçüm sonucunu nasıl etkilediği göz önüne alınarak hesaplanan varyans ifadeleri toplamının pozitif karekökü ile ifade edilir. Birleşik belirsizliğin (u_c) hesabı, her bir parametrenin belirsizlik kaynaklarının karelerinin toplamının karekök olup aşağıdaki genel formül yardımı ile belirlenir.

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + u_3^2 + \dots + u_n^2}$$

3. Belirsizlik hesabı genel yaklaşımları



$$u_c(y) = \sqrt{[(c_1 \cdot u(x_1))^2 + (c_2 \cdot u(x_2))^2 + \dots]} \quad (8)$$

$$= \sqrt{\sum_{i=1}^N [c_i \cdot u(x_i)]^2}$$

Burada c_i duyarlılık katsayısı, $u(x_i)$ ise belirsizlik bileşenidir. Duyarlılık katsayısı ilgili model fonksiyonun kısmi türevinden elde edilir ve girdi parametresinin esas parametreye etkisine birimi dönüştürmek için hesaplanırlar.

Bileşik belirsizlik $u_c(y)$ ölçümlerdeki belirsizliği tanımlamasına rağmen, bu değer ölçülen büyüklüğün dağılımı gösterdiğinde güvenilirlik düzeyi sadece % 68.27'dir. Diğer bir ifadeyle, aynı büyüklük herhangi bir şartlar altında ölçülürse sonuç % 68.27'lik olasılıkla $u_c(y)$ ile belirlenen aralıkta olacaktır. Pratikte ise endüstriyel uygulamalarda daha yüksek güvenilirlik düzeylerine gereksinim vardır. Bu durumlarda ölçümlerdeki belirsizliği tanımlamak için genişletilmiş belirsizlik olarak adlandırılan diğer bir terim kullanılır. Genişletilmiş belirsizlik U, bileşik standart belirsizlik $u_c(y)$ ile kapsam faktörü k'nın çarpımıdır:

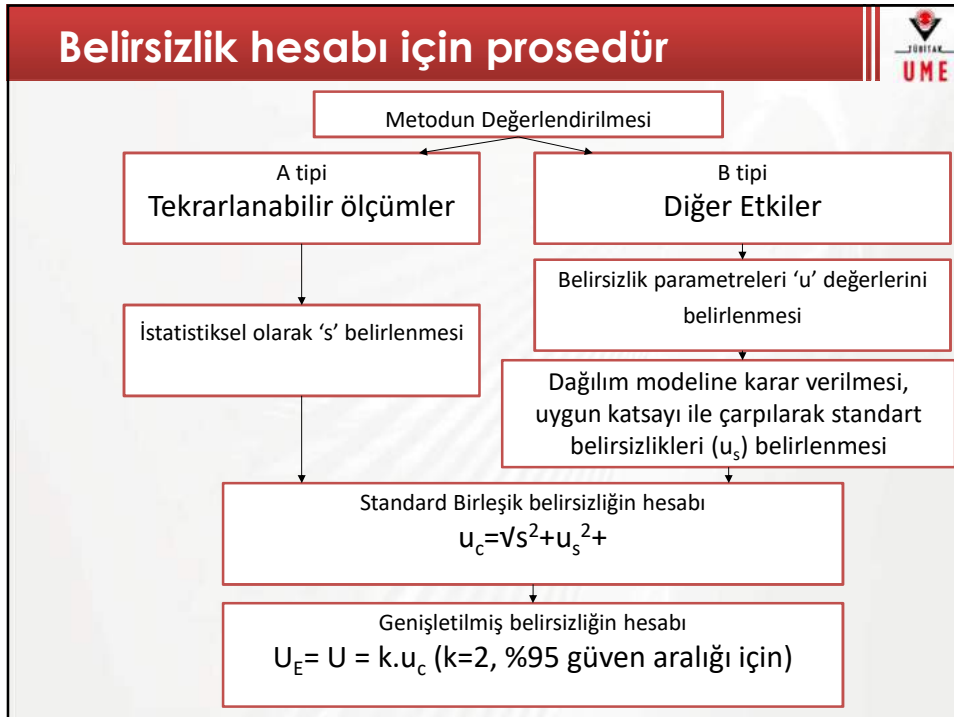
3. Belirsizlik hesabı genel yaklaşımları



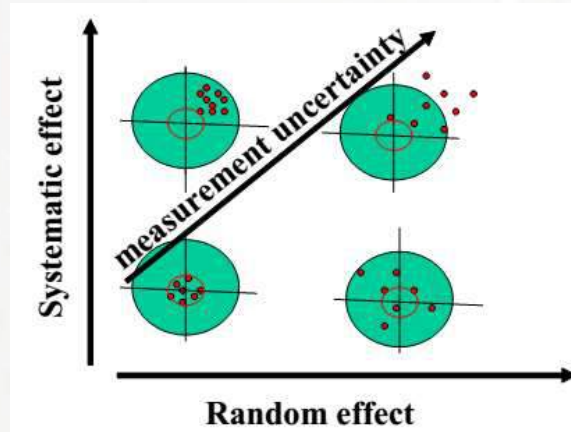
$$U = k \cdot u_c(y) \quad (9)$$

Faktör, bir ölçüm modelinin çıktı büyüklüklerinin olasılık dağılımlarının tipine ve seçilen kapsam olasılığına bağlıdır. Bu tanımdaki "faktör" terimi kapsam faktörünü ifade eder. Kapsam faktörünün değeri hedeflenen güvenilirlik düzeyine göre seçilir. Metroloji (Ölçüm Bilimi) uygulamalarında $k=2.0$ kullanılır. Bu değere karşılık gelen güvenilirlik düzeyi % 95.45'tir.

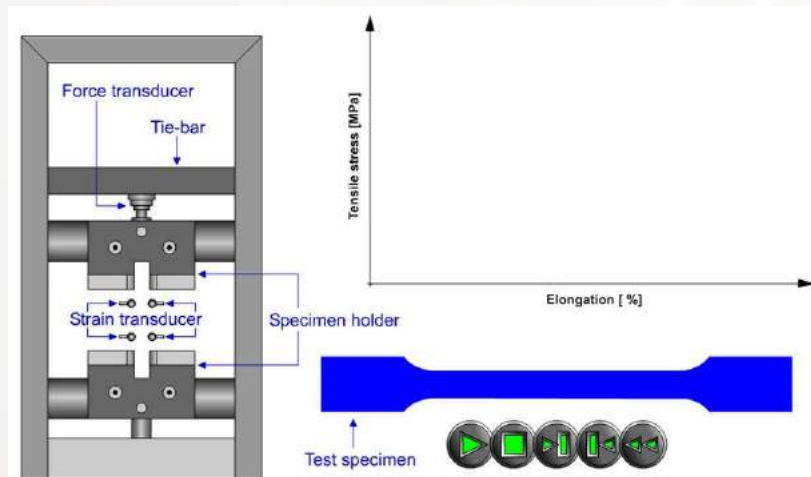
Belirsizlik hesabı için prosedür



3. Belirsizlik hesabı genel yaklaşımları



4. Çekme deneyi



<http://www.ultrc.com/en/services/animations.html>

4. Çekme deneyi



- **Malzeme Test Makinası / Çekme-Basma Test Makinası**

Malzeme test makinaları kontrollü hız ile aksenal kuvvet uygulayarak malzemenin mekanik özelliklerini belirlemede kullanılan cihazlardır.

Bu testlerden çekme testi standartlara uygun şekilde hazırlanmış numunenin belirli bir hızda koparıncaya kadar çekilmesidir. Çekme testi sonucunda numuneye ait elastisite modülü, elastiklik sınırı, rezilyans, akma gerilmesi, çekme gerilmesi, tokluk, % uzama ve % kesit daralması gibi özellikler bulunabilir.

Basma testinde ise genellikle basma dayanımları çekme dayanımlarından daha yüksek olan kır dökme demir, beton, tuğla gibi gevrek malzemelerde uygulanır.

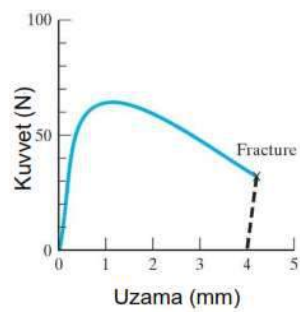
Çeşitli Malzeme Test Makineleri



Malzeme deney makinasını yapısı

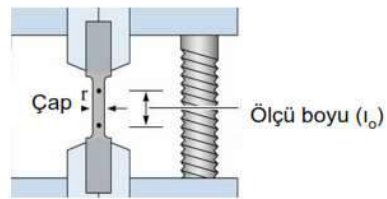


4. Çekme deneyi



Çekme deneyinden elde edilen F- Δl (kuvvet uzama) eğrisi

Çekme deneyinden elde edilen F- Δl (kuvvet uzama) verilerinden σ - ϵ diagramına geçmek gerekir.



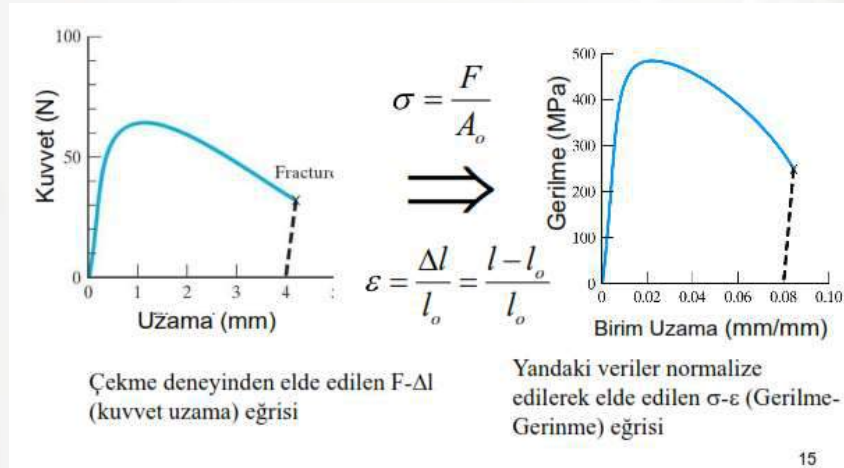
$$\text{gerilme} = \frac{\text{Parçaya etkiyen çekme kuvveti}}{\text{Kesit alanı}}$$

$$\text{Birim} \cdot \text{şd} = \frac{\text{uzama} \cdot \text{miktarı}}{\text{ilk ölçü} \cdot \text{boyu}}$$

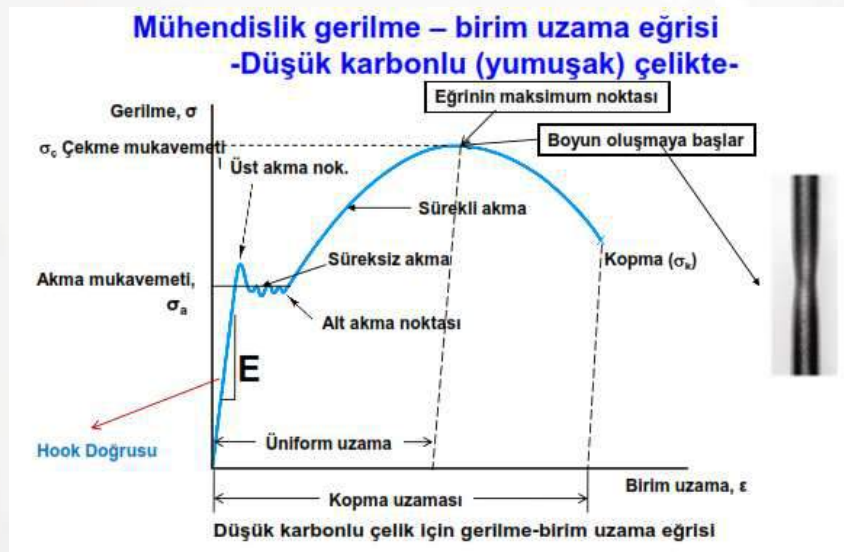
$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad \epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0}$$

14

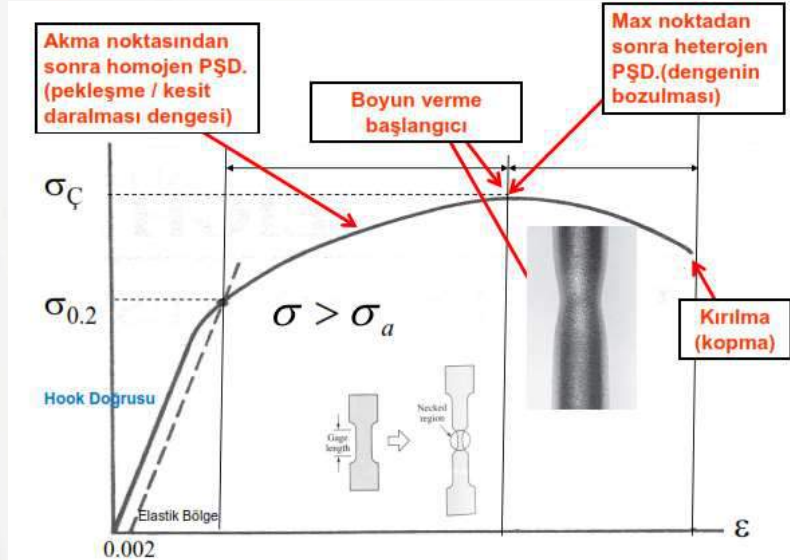
4. Çekme deneyi



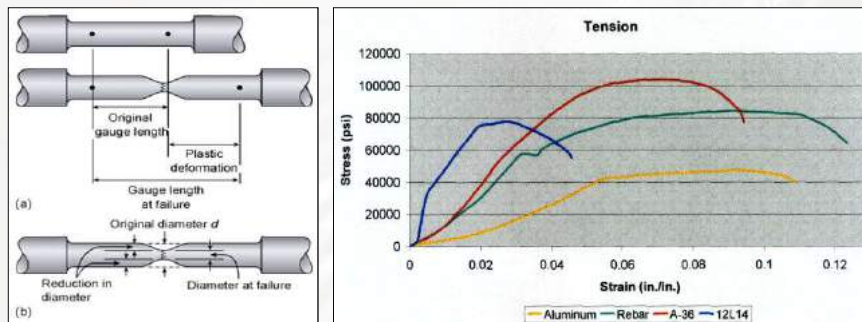
4. Çekme deneyi



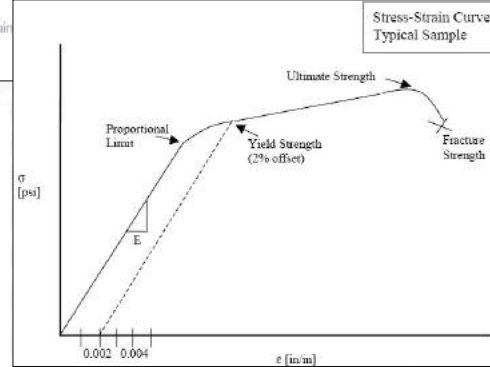
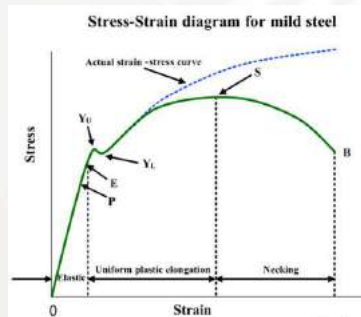
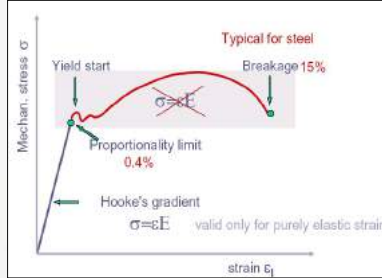
4. Çekme deneyi



Çekme deneyi sonucu



Gerilme-Birim şekil değişimi eğrileri



Çekme deney standartları



TÜRK STANDARDI
TURKISH STANDARD

TS EN ISO 6892-1

ICS 77.040.10

METALİK MALZEMELER - ÇEKME DENEYİ - BÖLÜM 1:
ORTAM SICAKLIĞINDA DENEY METODU

Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at
room temperature (ISO 6892-1:2016)

BS EN ISO 13934-1:2013



Standards Publication

Textiles — Tensile properties of
fabrics

Part 1: Determination of maximum force
and elongation at maximum force using the
strip method (ISO 13934-1:2013)

TSE STANDARDI

TS EN ISO 527-1

Nisan 2012

TS 1398-1 EN ISO 527-1:1997 yerine

ICS 83.080.01

Plastikler-Çekme özelliklerinin tayini-Bölüm 1: Genel prensipler
(ISO 527-1:2012)

Plastics-Determination of tensile properties-Part 1: General principles
(ISO 527-1:2012)

Uygun cihaz hangisidir?



4. Çekme deneyi



9 Deney cihazının doğruluğu

Deney cihazının kuvvet ölçme sistemi ISO 7500'e uygun olarak Sınıf 1 veya daha iyi kalibre edilmelidir.

Deneme dayanımının (plastik veya toplam uzma) tayininde kullanılan ekstansiyometre ISO 9513'e göre, ilgili aralıkta Sınıf 1 veya daha iyi olmalıdır. Diğer (daha yüksek uzamalı) özellikler için ilgili aralıkta ISO 9513 Sınıf 2 ekstensometre kullanılabilir.

Cihaz sertifikaları

TÜBİTAK
ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
NATIONAL METROLOGY INSTITUTE

Makine / Cihaz
Kuvvet Ölçme cihazı, kuvvet ölçme birimlerinden başlayarak, göbstege elemanına kadar olan ve göbstege elemanını da kapsayan bütüncü.

Cihaz Adı : Kuvvet Ölçme Cihazı

Kuvvet Ölçme Birimi
Çalıştırma Açıklığı : 0 – 100 kN
Seri No : S2545
Tip / Model : KTN – DIZ / -
Kuvvet Uygulama Yöntemi : Baskın
Ölçüm Prensipliği : Uzunluk Ölçümü
Parça No : -

Ölçüm Elemanı
Ölçüm : GTM
Çalıştırma Açıklığı : 0 – 5 mm/y
Tip / Model : LT – Ölçüm / -
Seri No / Kontrol No : S1005 / 1
Ölçüm Prensipliği / Ölçüm Metodu : Sayısal (Digital) / -
Çözünürlük : 0.0001 mm/y

Kalibrasyonun Yapıldığı Yer
Location : TÜBİTAK ÜME

Cihazın Laboratuvara Kabul Tarihi
Date of Receipt of the Device : 20.03.2012

Kalibrasyonda Kullanılan Referans Cihazlar
Reference Used in Calibration

| Seri No | Cihaz Adı | Üretici Firması | Tip / Model | Seri No | İzlenebilirlik |
|---------|---------------------------|-----------------|-----------------|---------------|-----------------------------------|
| 1 | Kuvvet Standartı Makinesi | GVM | Dia Ağırlık / - | K200 110 / 95 | ULUSAL ENSTİTÜSÜNE (E) İZENEBİLİR |

Kalibrasyon Yöntemi ve Prosedürü
Calibration Method and Procedure :
Bu kalibrasyon, EN ISO 918 (2011) standardına göre hazırlanan TİM-05-GSKV-04-01 Kuvvet Ölçme Cihazları Kalibrasyonu Talimatına uygun olarak gerçekleştirilmiştir.

By written authorization only and under the supervision of TÜBİTAK ÜME, the calibration certificate is valid only for the device and the conditions of use specified in the certificate.

TÜBİTAK ÜME
1-46200-00000-1-46200-00000

ch-Technische Bundesanstalt **PTB**
id Berlin

Kalibrierschein
Calibration certificate

Druckkraftaufnehmer 10 kN
mit elektrischer Verformungsmeßring
Gestmann Thies Messtechnik GmbH
6404 Bickenbach

TÜRK STANDARDLARI ENSTİTÜSÜ
ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
NATIONAL METROLOGY INSTITUTE

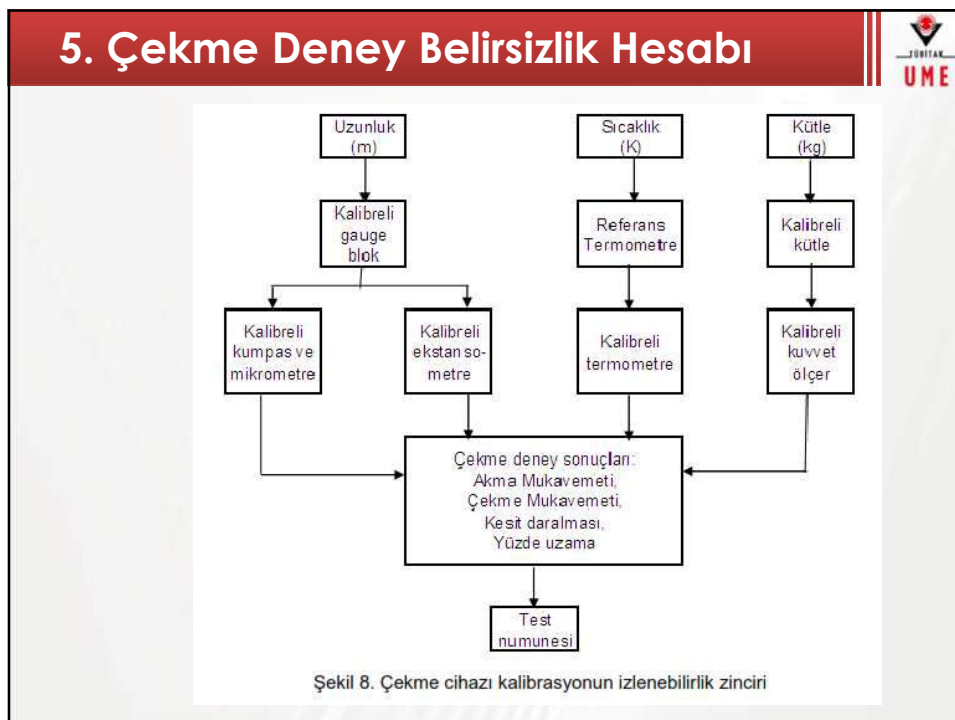
Kalibrasyon Sertifikası
Calibration Certificate

Cihazın Adı / Device Name : Kuvvet Ölçme Cihazı
Çalıştırma Açıklığı / Range : 0 – 100 kN
Bank Numarası / Serial No. : S2545
Tip / Model : KTN – DIZ / -
İzlenebilirlik / Traceability : TİM-05-GSKV-04-01
Tip / Model : LT – Ölçüm / -
Seri No / Kontrol No : S1005 / 1
Kalibrasyon Tarihi / Calibration Date : 20.03.2012
Sertifika No / Certificate No. : 0

Referans Cihazlar / Reference Devices
Bu kalibrasyon, EN ISO 918 (2011) standardına göre hazırlanan TİM-05-GSKV-04-01 Kuvvet Ölçme Cihazları Kalibrasyonu Talimatına uygun olarak gerçekleştirilmiştir.

Referans Cihazlar / Reference Devices
Seri No : K200 110 / 95
Üretici Firması : GVM
Tip / Model : Dia Ağırlık / -
İzlenebilirlik : ULUSAL ENSTİTÜSÜNE (E) İZENEBİLİR

Yöntem / Method : EN ISO 918 (2011)
Tarih / Date : 20.03.2012
Kalibrasyon Yapan / Calibration Done by : [Signature]
Yazdırma / Printed : [Signature]



5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı



Annex K (informative)

Ölçüm belirsizliği tahmini

J.1 Giriş

Bu ek, bu standarda göre tayin edilen değerlerin belirsizliğinin nasıl tahmin edileceğine ilişkin bir kılavuzu kapsar. Belirsizlik ifadesine hem *malzemeye bağlı* hem *malzemeden bağımsız* katkılar olması nedeniyle, bu deney metodu için mutlak bir belirsizlik ifadesi vermenin imkansızlığı gözden uzak tutulmamalıdır. ISO/IEC Guide 98-3rd çeşitli kaynaklardan gelen belirsizliklerin toplanması için özenli istatistiksel metolara dayalı 90 sayfa aşkın kapsamlı bir dokümandır. Bu dokümanın karmaşıklığı çok sayıda organizasyonu bu metodu daha basitleştirilmiş versiyonlarını ortaya çıkarmaya sevk etmiştir (bk. NIS 80¹⁹, NIS 3003¹⁹, Referans[23]). Bu dokümanların hepsi "belirsizlik bütçesi" kavramına dayalı ölçüm belirsizliğinin nasıl tahmin edileceği hususunda bir kılavuz vermektedir. Ayrıntılı tanımları için bk. EN 10291¹¹ ve Referans [24]. Belirsizlik tahmini üzerine ilave bilgi Referans [25] ve Referans [26]'da mevcuttur. Burada verilen ölçüm belirsizliği, örneğin, partiden, ekstrüzyonla üretilmiş bir profilin veya bir rulonun başından ve sonundan ya da döküm içerisindeki farklı konumlardan gelen malzeme homojensizliğinden kaynaklanan dağılımı tanımlamaz. Belirsizlik ideal homojen bir malzemeyle yapılan farklı deneylerden, farklı cihazlardan veya farklı laboratuvarlardan elde edilen verilerin dağılımından kaynaklanır. Aşağıda, farklı etkiler tanımlanmış ve belirsizliklerin tayini için kılavuz verilmiştir.

Not – Çizelge J.2, Çizelge J.3 ve Çizelge J.4'te verilen değerlerin uyarılığı ISO/IEC Guide 98-3rde göre yan genişlikte aralıklardır ve artı eksi (\pm) dağılım toleransı değeri olarak yorumlanmalıdır.

J.2 Belirsizlik tahmini

J.2.1 Genel

Bir parametre değerinin standart belirsizliği, u, iki şekilde hesaplanabilir.

J.2.2 Tip A – Tekrarlanan ölçümle

$$u = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

(J.1)

Burada,

s Ölçümlerin standart sapması

n Normal şartlarda ölçümlerin sonucu olarak bildirilecek ortalaması alınmış gözlemlerin sayısı

5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı



J.3 Deney sonuçlarının belirsizliğine donanım parametrelerinin etkisi

Bir çekme deneyi ile tayin edilen sonuçların belirsizliği, kullanılan donanımdan ileri gelen bileşenler içerir. Çeşitli deney sonuçları, tayin ediliş şekillerine bağlı olarak, belirsizliğe farklı katkılarda bulunur. Çizelge J.1, bir çekme deneyinde tayin edilen bazı malzeme özellikleri için hesaba katılması gereken donanım belirsizliği katkılarını göstermektedir. Bazı deney sonuçları değerlerine göre daha düşük bir belirsizlikle tayin edilebilir; örneğin üst akma dayanımı R_{eH} , sadece yük ve kesit alan ölçümünün belirsizliklerine bağlıyken, deneme dayanımı R_p , yük, uzama, ölçü uzunluğu ve kesit alanına bağlıdır. Kesit daralması Z, için hem kopmadan önceki, hem kopmadan sonraki ölçüm belirsizliklerinin hesaba katılması gerekir.

Çizelge J.1 – Deney sonuçlarına belirsizlik katkıları

| Parametre | Deney sonuçları | | | | | |
|---------------|-----------------|----------|-------|-------|---|---|
| | R_{eH} | R_{eL} | R_m | R_p | A | Z |
| Yük | x | x | x | x | – | – |
| Uzama | – | – | – | x | x | – |
| Ölçü uzunluğu | – | – | – | x | x | – |
| S_p | x | x | x | x | – | x |
| S_u | – | – | – | – | – | x |
| Not | | | | | | |
| X İlgili | | | | | | |
| – İlgisiz | | | | | | |

Çizelge J.1'de verilen deney sonucu belirsizliği, kullanılan deney cihazının kalibrasyon sertifikasından elde edilebilir. Örneğin, sertifikalı belirsizliği % 1,4 olan bir cihaz kullanan yük parametresi için standart belirsizlik değeri 1,4/2 yani % 0,70 olacaktır. Çekme deneyi cihazı veya ektansiyometre için Sınıf 1.0 sınıflandırmanın mutlaka % 1 belirsizlik anlamına gelmeyeceği de unutulmamalıdır. Belirsizlik önemli ölçüde daha yüksek veya daha düşük olabilir (bunun için bk. örneğin ISO 7500-1); donanımın sertifikasına bakılmalıdır. Kalibrasyon ve deney cihazının farklı şartlar altında kullanılması gibi faktörlere bağlı belirsizlik katkıları da ayrıca dikkate alınmalıdır.

Yük veya ektansiyometre ölçümlerindeki belirsizlikler dikkate alınarak Eşitlik (J.3)'e göre örneğe devam edilirse, R_{eH} , R_{eL} , R_m ve A için deney sonuçlarının birleşik belirsizliği, kareler toplamının kare kökü yaklaşımı

$$\text{kullanarak } \sqrt{\left(\frac{1,4}{2}\right)^2 + 1/\sqrt{3}}^2 = \sqrt{0,70^2 + 0,58^2} = 0,91\text{'dir.}$$

5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı



Tablo 1. Çekme deneyinde belirlenen ve ölçülen değerler

| <i>Belirlenen</i> | <i>Birimi</i> | <i>Sembolü</i> |
|-----------------------|-----------------|-------------------|
| Kesit alanı | mm ² | S ₀ |
| Elastisite modülü | GPa | E |
| Akma Gerilmesi (0.2) | MPa | R _{p0.2} |
| Üst Akma Gerilmesi | MPa | R _{eH} |
| Alt Akma Gerilmesi | MPa | R _{eL} |
| Çekme Gerilmesi | MPa | R _m |
| Yüzde kalıcı uzama | % | A |
| Yüzde kesit daralması | % | Z |

| <i>Ölçümler</i> | <i>Birimi</i> | <i>Sembolü</i> |
|---|---------------|----------------|
| Numune Kalınlığı (dikdörtgen numune) | mm | a ₀ |
| Numune Genişliği (dikdörtgen numune) | mm | b ₀ |
| Numune Çapı (silindirik numune) | mm | d ₀ |
| İlk ölçüm boyu | mm | L ₀ |
| Test esnasında uygulanan kuvvet | N | F |
| Test esnasında ölçülen aksenal uzama | mm | ΔL |
| Kopma sonrası kalıcı uzama | mm | L _u |
| Kopma sonrası silindirik numunenin çapı | mm | d _u |

5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı



| | |
|---|--------------------------|
| $S_0 = a_0 b_0$ | (dikdörtgen numune) (1a) |
| $S_0 = \pi d_0^2 / 4$ | (silindirik numune) (1b) |
| $E = (\Delta F \cdot L_0) / (\Delta L \cdot S_0)$ | (2) |
| $R_p = F_{Rp} / S_0$ | (3) |
| $R_{eH} = F_{eH} / S_0$ | (4) |
| $R_m = F_m / S_0$ | (5) |
| $A = (L_u - L_0) 100 / L_0$ | (6) |
| $Z = (S_0 - S_u) 100 / S_0$ | (7) |

5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı



2.4. Her bir belirsizlik kaynağı için Standard belirsizliğin tahmini

2.4.1. Numunelerin belirsizlik hesabı

MTM'de test edilen deney numunelerin ölçüm sonuçlarından hesaplanan A Tipi ölçüm belirsizliği olup tamamen numune sayısına bağlı olarak istatistiksel yöntemler kullanılarak gerçekleştirilir ve (10) nolu denklem yardımıyla hesaplanır.

$$u_N = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (10)$$

s : standart sapma

n : testi yapılan numune sayısı

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - X_{ort})^2}{n-1}} \quad (11)$$

X_i : Ölçüm değeri

X_{ort} : Ölçümlerin ortalama değeri

5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı



2.4.2. Kesit alanı ölçümlerindeki belirsizlik hesabı

Test edilecek numunenin kesit ölçümü akma ve kopma gerilmesi gibi değerlerin belirlenmesinde kullanılan gerilme hesabı için önem taşımaktadır. Dolayısıyla, hassas çap veya alan belirlenmesinde kullanılan mikrometrenin veya hassas kumpasın ölçüm belirsizliği, ölçüm sonuçlarına yansımaktadır.

5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı



Dikdörtgen numune için model fonksiyon:

$$S_0 = a_0 b_0$$

Daha öncede ifade edildiği gibi duyarlılık katsayısı, matematiksel olarak ilgili model fonksiyonun kısmi türevinden elde edilir. Duyarlılık katsayıları:

Dikdörtgen numune için model fonksiyon:

(1a) denkleminde, Daha öncede ifade edildiği gibi duyarlılık katsayısı, matematiksel olarak ilgili model fonksiyonun kısmi türevinden elde edilir. Duyarlılık katsayıları:

$$c_{a_0} = \frac{\partial S_0}{\partial a_0} = b_0 \quad (12)$$

$$c_{b_0} = \frac{\partial S_0}{\partial b_0} = a_0 \quad (13)$$

S_0 belirsizlik hesabı formül 9 yardımıyla aşağıdaki şekilde hesaplanır.

$$u_{S_0} = \sqrt{u_N^2 + (b_0)^2 u_{a_0}^2 + (a_0)^2 u_{b_0}^2} \quad (14)$$

5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı



Silindirik numune için:

$$S_0 = \pi d_0^2 / 4 \quad (1b)$$

Duyarlılık katsayısı:

$$c_{d_0} = \frac{\partial S_0}{\partial d_0} = \frac{\pi d_0}{2} \quad (15)$$

S_0 belirsizlik hesabı:

$$u_{S_0} = \sqrt{u_N^2 + \frac{d_0^2 \pi^2 u_{d_0}^2}{4}} \quad (16)$$

5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı



2.4.5. Çekme gerilmesi belirsizlik hesabı

Model fonksiyon:

$$R_m = \frac{F_m}{S_0}$$

Duyarlılık katsayıları:

$$c_{F_m} = \frac{\partial R_m}{\partial F_m} = \frac{1}{S_0} \quad (27)$$

$$c_{S_0} = \frac{\partial R_m}{\partial S_0} = -\frac{F_m}{S_0^2} \quad (28)$$

Belirsizlik hesabı:

$$u_{R_m} = \sqrt{u_N^2 + \left(\frac{1}{S_0}\right)^2 u_{F_m}^2 + \left(-\frac{F_m}{S_0^2}\right)^2 u_{S_0}^2} \quad (29)$$

5. Çekme Deney Belirsizlik Hesabı



2.4.6. Yüzde uzamanın belirsizlik hesabı

Kumpas yardımıyla el ile yapılan ölçümlere göre aşağıdaki şekilde hesaplanabilir.

Model fonksiyon:

$$A = \left(\frac{L_u - L_0}{L_0}\right) \times 100$$

Duyarlılık katsayıları:

$$c_{L_u} = \frac{\partial A}{\partial L_u} = \frac{1}{L_0} \quad (30)$$

$$c_{L_0} = \frac{\partial A}{\partial L_0} = \frac{1}{L_0} - \frac{L_u - L_0}{L_0^2} \quad (31)$$

Belirsizlik hesabı:

$$u_A = \sqrt{u_N^2 + \left(\frac{1}{L_0}\right)^2 u_{L_u}^2 + \left(\frac{1}{L_0} - \frac{L_u - L_0}{L_0^2}\right)^2 u_{L_0}^2} \quad (32)$$

Örnek hesaplama



3. SAYISAL OLARAK HATA PARAMETRELERİ VE BELİRSİZLİK HESABI

Bu çalışmada, çekme deneyleri Zwick model Z250 cihazda gerçekleştirildi. Cihazın kuvvet ölçüm sistemi EN ISO 7500-1 standardına göre doğruluk sınıfı 1 olarak sertifikalandırıldı. Uzama ölçüm sistemi de EN ISO 9513 standardına göre kalibre edildi ve cihazın sınıfı 0.5 olarak belirlendi.

Çekme deney numuneleri EN ISO 6892-1 metaller için çekme test standardı uygun olarak aynı hazırlandı. Çekme deney hızı 1 mm / dak olarak alındı. Ortam sıcaklığı $23 \text{ C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ve nem $50 \pm 10 \%$ de deneyler gerçekleştirildi. Ölçüm sonuçları tablo 2 de verilmiştir.

Belirsizlik hesabı için bilinen parametreler şu şekilde verilmiştir. Çekme deneyi makinası kuvvet sertifikasından gelen belirsizlik $U_f = \% 0,12$, deney numunelerinin ilk ölçü boyu $L_o = 50 \text{ mm}$, kopma sonrası ölçüm boyu $L_u = 55,96 \text{ mm}$, kopma sonrası kesit boyutları $a_u = 0,974 \text{ mm}$, $b_u = 15,98 \text{ mm}$ olup buradan kesit alanı $S_u = 19,50 \text{ mm}^2$ olarak belirlenmiştir.

Örnek hesaplama



Tablo 2. Çekme deney sonuçları ve numune belirsizlik değerleri

| No | a_0 | b_0 | S_0 | E | R_{eH} | R_m | A | Z |
|---------------------------------------|-------|-------|---------------|--------|----------|---------|-------|-------|
| | mm | mm | mm^2 | GPa | MPa | MPa | % | % |
| 1 | 1,22 | 20,01 | 24,41 | 204,4 | 733,2 | 1034,2 | 11,5 | 20,7 |
| 2 | 1,22 | 20,02 | 24,42 | 203,8 | 740,1 | 1026,0 | 11,0 | 20,1 |
| 3 | 1,22 | 20,01 | 24,41 | 205,6 | 732,2 | 1051,2 | 12,1 | 19,9 |
| 4 | 1,22 | 20,04 | 24,45 | 208,1 | 738,5 | 1031,4 | 12,2 | 20,8 |
| 5 | 1,22 | 20,02 | 24,42 | 206,2 | 746,1 | 1047,3 | 11,2 | 19,8 |
| Ortalama | 1,22 | 20,02 | 24,42 | 205,62 | 738,02 | 1038,02 | 11,60 | 20,26 |
| Standart sapma | | | 0,015 | 1,680 | 5,634 | 10,756 | 0,534 | 0,462 |
| Belirsizlik, % | | | 0,007 | 0,751 | 2,519 | 4,810 | 0,239 | 0,206 |
| Genişletilmiş Belirsizlik, %, k=2 ile | | | 0,013 | 1,503 | 5,039 | 9,620 | 0,477 | 0,413 |

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - X_{ort})^2}{n-1}}$$

X_i : Ölçüm değeri
 X_{ort} : Ölçümlerin ortalama değeri

$$u_N = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

s : standart sapma
n : testi yapılan numune sayısı

$$U = k \cdot u_c(y)$$

Örnek hesaplama



Tablo 3. Kesit alanı belirsizliği hesap tablosu

| Sembol | Ölçümler | Belirsizlik sembolü | Değeri | Tip | Dağılım | Dağılım katsayısı | Hassasiyet katsayısı, c _i | u(x _i) | Birimi |
|----------------|------------------|---------------------|---------------------------------------|-----|------------|-------------------|--------------------------------------|--------------------|-----------------|
| - | Numune Değeri | u _N | 0,013 | A | Normal | 2 | 1 | 6,68E-03 | mm ² |
| a ₀ | Numune kalınlığı | u _{a0} | 0,003 | B | Dikdörtgen | √3 | 20,02 | 2,57E-03 | mm ² |
| b ₀ | Numune genişliği | u _{b0} | 0,003 | B | Dikdörtgen | √3 | 1,22 | 9,55E-06 | mm ² |
| S ₀ | Kesit alanı | u _{S0} | Toplam belirsizlik | | | | | 9,62E-02 | mm ² |
| | | U _{S0} | Genişletilmiş Toplam belirsizlik, k=2 | | | | | 1,92E-01 | mm ² |

Boyutsal ölçümlerde kullanılan kumpasın belirsizlik değeri ya sertifikasından alınabilir ya çözünürlük değerinin 1/3 olarak ta hesaba katılabilir. Bu çalışmada kumpasın belirsizliği 2. yöntemle göre aşağıdaki şekilde hesaplanmıştır. Tablo 3 teki hesaplamalar aşağıda özetlenmiştir.

$$u_{a0} = \text{kumpas çözünürlüğü}/3 = 0,01/3 = 0,003 \text{ mm}$$

$$u_{b0} = \text{kumpas çözünürlüğü}/3 = 0,01/3 = 0,003 \text{ mm}$$

$$\text{Denklem 12 den } c_{a0} = 20,02 \text{ mm}$$

$$\text{Denklem 13 den } c_{b0} = 1,22 \text{ mm}$$

$$\text{Denklem 14'ün karekökünü almadan 2. ifadesinin dağılım katsayısına bölümü} = 0,003^2 \times 20,02^2 / \sqrt{3} = 2,57E-03 \text{ mm}^2$$

$$\text{Denklem 14'ün karekökünü almadan 3. ifadesinin dağılım katsayısına bölümü} = 0,003^2 \times 1,22^2 / \sqrt{3} = 9,55E-06 \text{ mm}^2$$

$$\text{Denklem 14'ün 1.,2. ifadesi ile 3. ifadesinin toplamının karekökü} = \sqrt{1.\text{ifade} + 2.\text{ifade} + 3.\text{ifade}} = 9,62E-02 \text{ mm}^2 \text{ ve 2 ile çarpılarak } 1,92E-01 \text{ mm}^2 \text{ olarak genişletilmiş toplam belirsizliği bulunur.}$$

Örnek hesaplama



Tablo 5. Çekme gerilmesi belirsizliği hesap tablosu

| Sembol | Ölçümler | Belirsizlik sembolü | Değeri | Tip | Dağılım | Dağılım katsayısı | Hassasiyet katsayısı, c _i | u(x _i) | Birimi |
|-----------------|-----------------|---------------------|---------------------------------------|-----|---------|-------------------|--------------------------------------|--------------------|--------|
| - | Numune Değeri | u _N | 9,620 | A | Normal | 2 | 1 | 4,81E+00 | MPa |
| F _{Rm} | Kuvvet | u _{FRm} | 30,424 | B | Normal | 2 | 0,04 | 7,76E-01 | MPa |
| S ₀ | Kesit alanı | u _{S0} | 0,192 | B | Normal | 2 | -42,50 | 3,35E+01 | MPa |
| R _m | Çekme Gerilmesi | u _{Rm} | Toplam belirsizlik | | | | | 6,25E+00 | MPa |
| | | U _{Rm} | Genişletilmiş Toplam belirsizlik, k=2 | | | | | 1,25E+01 | MPa |

Tablo 5 teki hesaplamaların detayları aşağıda özetlenmiştir.

$$u_{a0} = \text{kuvvet sertifikasından gelen belirsizlik} \times \text{ortalama çekme gerilmesi kuvveti} = 0,0012 \times 25353 = 30,424 \text{ N}$$

$$u_{a0} = \text{tablo 3 ten} = 0,192 \text{ mm}^2$$

$$\text{Denklem 27 den } c_{a0} = 0,04 \text{ mm}^2$$

$$\text{Denklem 28 den } c_{b0} = -25353/24,42^2 = -42,50 \text{ N/mm}^2$$

$$\text{Denklem 29'un karekökünü almadan 2. ifadesinin dağılım katsayısına bölümü} = 30,424^2 \times 0,04^2 / 2 = 7,76E-01 \text{ MPa}$$

$$\text{Denklem 29'un karekökünü almadan 3. ifadesinin dağılım katsayısına bölümü} = 0,192^2 \times -42,50^2 / 2 = 3,35E+01 \text{ MPa}$$

$$\text{Denklem 29'un 1.,2. ifadesi ile 3. ifadesinin toplamının karekökü} = \sqrt{1.\text{ifade} + 2.\text{ifade} + 3.\text{ifade}} = 6,25 \text{ MPa ve genişletilmiş toplam belirsizliği 2 ile çarpılarak } 12,5 \text{ MPa olarak bulunur.}$$

Örnek hesaplama



Tablo 6. Yüzde uzama belirsizliği hesap tablosu

| Sembol | Ölçümler | Belirsizlik sembolü | Değeri | Tip | Dağılım | Dağılım katsayısı | Hassasiyet katsayısı, c_i | $u(x_i)$ | Birimi |
|--------|------------------------------|---------------------|---|-----|------------|-------------------|-----------------------------|----------|--------|
| - | Numune Değeri | u_N | 0,477 | A | Normal | 2 | 1 | 2,39E-01 | % |
| L_u | Kırılma sonrası kalıcı uzama | u_{L_u} | 0,003 | B | Dikdörtgen | $\sqrt{3}$ | 0,020 | 2,57E-09 | % |
| L_0 | İlk ölçüm boyu | u_{L_0} | 0,003 | B | Dikdörtgen | $\sqrt{3}$ | 0,018 | 2,01E-09 | % |
| A | Yüzde uzama | u_A | Toplam belirsizlik | | | | | 4,89E-01 | % |
| | | U_A | Genişletilmiş Toplam belirsizlik, $k=2$ | | | | | 9,77E-01 | % |

Tablo 6 daki hesaplamalar aşağıda özetlenmiştir.

$$u_{L_u} = \text{kumpas çözünürlüğü}/3 = 0,01/3 = 0,003 \text{ mm}$$

$$u_{L_0} = \text{kumpas çözünürlüğü}/3 = 0,01/3 = 0,003 \text{ mm}$$

$$\text{Denklem 30 dan } c_{L_u} = 1/50 = 0,02 \text{ mm}^{-1}$$

$$\text{Denklem 31 den } c_{L_0} = 1/50 - (55,96-50)/50^2 = 0,018 \text{ mm}^{-1}$$

$$\text{Denklem 32'nin karekökünü almadan 2. ifadesinin dağılım katsayısına bölümü} = 0,003^2 \times 0,02^2 / \sqrt{3} = 2,57E-09 \%$$

$$\text{Denklem 32'nin karekökünü almadan 3. ifadesinin dağılım katsayısına bölümü} = 0,003^2 \times 0,018^2 / \sqrt{3} = 2,01E-09 \%$$

$$\text{Denklem 32'nin 1.,2. ifadesi ile 3. ifadesinin toplamının karekökü} = \sqrt{1.\text{ifade} + 2.\text{ifade} + 3.\text{ifade}} = 0,489 \%$$

ve 2 ile çarpılarak 0,977 % olarak genişletilmiş toplam belirsizliği bulunur.

Örnek hesaplama



Tablo 8. Çekme deney sonuçları ve genişletilmiş belirsizlik değeri özet tablosu

| Sembol | Parametre | Sonuç | Belirsizlik Değeri. ($k=2$) |
|--------|-----------------|-------------|-------------------------------|
| R_m | Çekme Gerilmesi | 1038.02 MPa | ± 12.5 MPa |
| A | Yüzde uzama | 11.6 % | ± 0.98 % |

6. Sertlik Deneyi



Sertlik

Sertlik izafi bir ölçü olup malzemenin sürtünmeye, çizmeye, kesmeye ve plastik deformasyona karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanır. Laboratuvarlarda özel cihazlarla yapılan sertlik ölçümlerindeki değer, malzemenin plastik deformasyona karşı gösterdiği direnç olup çoğunlukla aşağıdaki ifade ile bulunur.

$$\text{Sertlik} = \text{Uygulanan Kuvvet (yük)} / \text{Meydana Gelen İz Alanı}$$

Yukarıda tanımlanan sertlik aslında statik sertlik olup en yaygın kullanılan sertlik ölçme yöntemidir. Bunun yanında yaygın olarak kullanılsa da darbe etkisi ile ve sıçrama miktarı ile sertlik ölçme deneyleri yapmak mümkündür. Bu yöntemlerle ölçülen sertlik değerine dinamik sertlik denir.

Sertlik deney standardı



TÜRK STANDARDI
TURKISH STANDARD

TS EN ISO 6508-1

ICS 77.040.10

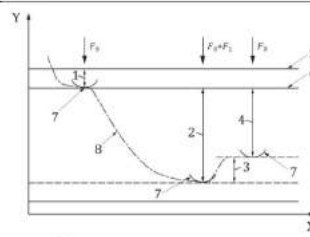
METALİK MALZEMELER- ROCKWELL SERTLİK DENEYİ-
BÖLÜM 1: DENEY METODU
Metallic materials - Rockwell hardness test - Part 1: Test
method

Rockwell Sertlik Deneyi



Çizelge 1 – Rockwell skalaları

| Rockwell sertlik skalası | Sertlik sembolü | Basma ucunun tipi | Ön deney kuvveti F_0 | Esas deney kuvveti F_1 | Toplam deney kuvveti F | Uygulama (Rockwell deneyi) | alanı sertlik |
|--------------------------|-----------------|--------------------|------------------------|--------------------------|--------------------------|----------------------------|---------------|
| A ^a | HRA | Elmas konik uç | 98,07 N | 490,3 N | 588,4 N | 20HRA - 88 HRA | |
| B ^b | HRB | Çelik bilye 1,5875 | 98,07 N | 882,6 N | 980,7 N | 20HRB - 100 HRB | |
| C ^c | HRC | Elmas konik uç | 98,07 N | 1373 N | 1471 N | 20 HRC - 70 HRC | |
| D | HRD | Elmas konik uç | 98,07 N | 882,6 N | 980,7 N | 40 HRD - 77 HRD | |
| E | HRE | Çelik bilye 3,175 | 98,07 N | 882,6 N | 980,7 N | 70 HRE - 100 HRE | |
| F | HRF | Çelik bilye 1,5875 | 98,07 N | 490,3 N | 588,4 N | 60 HRF - 100 HRF | |
| G | HRG | Çelik bilye 1,5875 | 98,07 N | 1373 N | 1471 N | 30 HRG - 94 HRG | |
| H | HRH | Çelik bilye 3,175 | 98,07 N | 490,3 N | 588,4 N | 80 HRH - 100 HRH | |
| K | HRK | Çelik bilye 3,175 | 98,07 N | 1373 N | 1471 N | 40 HRK - 100 HRK | |
| 15N | HR15N | Elmas k | | | | | |
| 30N | HR30N | Elmas k | | | | | |
| 45N | HR45N | Elmas k | | | | | |
| 15T | HR15T | Çelik bilye | | | | | |
| 30T | HR30T | Çelik bilye | | | | | |
| 45T | HR45T | Çelik bilye | | | | | |



- 1 Ön deney kuvveti F_0 'ın neden olduğu iz derinliği
- 2 Esas deney kuvveti F_1 ile yapılan izin derinliği
- 3 Esas deney kuvveti F_1 'in kaldırılmasından sonraki elastik düzeltme
- 4 Sürekli iz derinliği, h
- 5 Numune yüzeyi
- 6 Ölçme için referans düzlemi
- 7 Batma ucunun konumu
- 8 Batma derinliği

Şekil 1. Rockwell sertlik ölçümü ve prensip şekli

7. Rockwell Sertlik deneyi belirsizlik hesabı



ICS 77.040.10

TÜRK STANDARDI

TS EN ISO 6508-1/Haziran 2007

Ek G (Bilgi için)

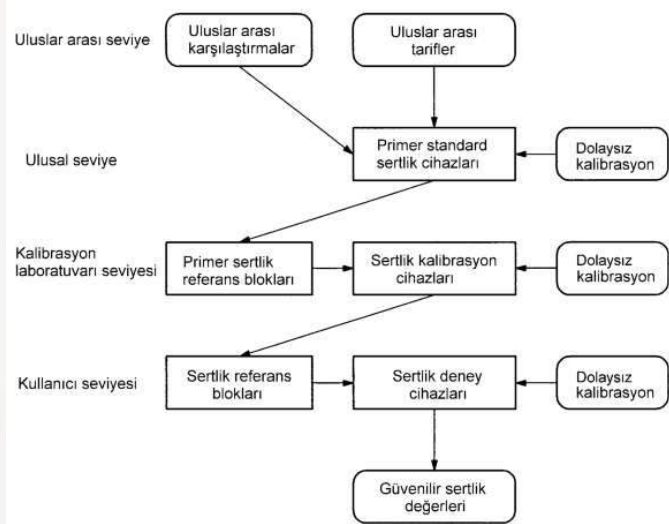
Ölçülen sertlik değerlerinin belirsizliği

G.1 Genel şartlar

Bu Ek'te anlatılan, belirsizlik tayini için yaklaşım, referans sertlik bloklarına göre (aşağıda CRW olarak kısaltılmış) sertlik deney cihazının bütün ölçme performansı ile ilgili sadece iki belirsizliği değerlendirir. Bu performans belirsizlikleri, bütün ayrı belirsizliklerin (dolaylı doğrulama) birleşik etkilerini yansıtır. Bu yaklaşımdan dolayı, cihazın ayrı bileşenlerinin toleranslar dahilinde çalışması önemlidir. Bu işlemin, doğrudan doğrulamadan geçmesinden itibaren en fazla bir yıl uygulanması önemle tavsiye edilmektedir.

Şekil G.1, sertlik skalalarının tanımlanması ve yayılması için gerekli dört aşamalı yapıdaki metrolojik zinciri göstermektedir. Zincir, uluslararası iç karşılaştırmayı yapmak için birçok uluslararası tanımları kullanan uluslararası seviye ile başlar. Bir çok primer standart sertlik cihazları, kalibrasyon laboratuvarları seviyesi için primer sertlik referans blokları "üretir". Doğal olarak, bu cihazların doğrudan kalibrasyonu ve doğrulanması mümkün olan en üst doğrulukta olmalıdır.

7. Rockwell Sertlik deneyi belirsizlik hesabı



Şekil G.1 – Sertlik skalalarının tanımlanması ve yayılması için metrolojik zincirin yapısı

Sapmasız metot (Metot 1)



$$U = k \times \sqrt{u_H^2 + u_{ms}^2 + u_{HTM}^2} \quad (3)$$

Burada,

k: genişletme faktörü (k=2 alınır)

u_H : tekrarlanabilirlik eksikliğinin standart belirsizliğini

u_{ms} : Sertlik ölçüm cihazı çözünürlüğünün standart belirsizliğini

u_{HTM} : Sertlik test makinasının hatasının standart belirsizliğini ifade eder

$$u_H = t \times s_H \quad (4)$$

$$s_H = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2} \quad (5)$$

$$u_{ms} = \frac{\delta_{ms}}{2\sqrt{3}} \quad (6)$$

Burada,

s_H : Ölçülen sertlik değerlerinin standart sapması

n: ölçülen sertlik sayısı

δ_{ms} : sertlik cihazı çözünürlük değeri

Sonuç olarak hesaplanan belirsizlik değeri ise aşağıda verilen iki şekilde gösterilir.

$$X_{corr} = (x - b) \pm U_{corr} \quad (8)$$

$$X_{ucorr} = x \pm (U_{corr} + |b|) \quad (9)$$

$$b = \bar{H} - H_{CRM}$$

$$\bar{H} = \frac{H_1 + \dots + H_n}{n}$$

Burada,

b: sapma

H_1, \dots, H_n : sertlik ölçüm değerleri

H_{CRM} : Referans sertlik bloğu değeri

Burada,

X_{corr} : Ölçülen sertlik değerlerinin düzeltilmiş değeri

x: Ölçülen sertlik değeri

U_{corr} : Genişletilmiş düzeltilmiş belirsizlik değeri

X_{ucorr} : Ölçülen sertlik değerlerinin düzeltilmemiş değeri

Sapmalı metot (Metot 2)



$$U = k \times \sqrt{u_H^2 + u_{ms}^2} + b_E \quad (10)$$

$$X = x \pm U \quad (11)$$

Burada,

k: genişletme faktörü (k=2 alınır)

u_H : tekrarlanabilirlik eksikliğinin standart belirsizliğini

u_{ms} : Sertlik ölçüm cihazı çözünürlüğünün standart belirsizliğini

b_E : standartta tanımlanan maksimum sapma değeri ifade eder

x: Ölçülen sertlik değeri

X: belirsizlik ilave edilmiş ölçülen sertlik değeri

7. Rockwell Sertlik deneyi belirsizlik hesabı



$$U = k \cdot \sqrt{u_E^2 + u_{CRM}^2 + u_H^2 + u_x^2 + u_{ms}^2}$$

| Belirsizliğin kaynakları | Semboller | Formül | Literatür/Sertifika | Örnek [.] = HRC |
|---|---------------------------------|---|--|---|
| En büyük müsaade edilen hataya (1σ) göre standart belirsizlik | u_E | $u_E = \frac{u_{E,2\sigma}}{2,8}$ | Müsaade edilen hata $u_{E,2\sigma}$: ISO 6508-2:2005'e göre; Not 1'e bakınız | $u_E = \frac{1,5}{2,8} = 0,54$ |
| CRM'nin standart sertlik belirsizliği (detaylı hesaplama için ISO 6508-3:2005, Çizelge B.4'e bakınız) | $\frac{u_{CRM}}{\bar{X}_{CRM}}$ | $u_{CRM} = \frac{U_{CRM}}{2}$ | U_{CRM} , \bar{X}_{CRM} CRM'nin kalibrasyon sertifikasına göre, Not 2'ye bakınız. | $u_{CRM} = \frac{0,3}{2} = 0,15$ $\bar{X}_{CRM} = 60,82$ |
| CRM'de yapılan ölçümün ortalama değeri ve standart sapması | \bar{H} s_H | $\bar{H} = \frac{\sum_{i=1}^n H_i}{n}$ $s_H = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2}$ | H_i ISO 6508-2:2005, Madde 5.4.1'e göre; s_H 'nin hesaplanmasında, s_{H1} ve s_{H2} den büyük olan değer alınır. | H_i tek değerleri (1) 60,9- 61,0- 61,1- 61,1- 60,7 $\bar{H}1 = 60,96$; $s_{H1} = 0,17$ (2) 60,7- 60,8- 61,1- 61,0- 60,8 $\bar{H}2 = 60,88$; $s_{H2} = 0,16$ |
| CRM ölçümünde sertlik deney cihazının standart belirsizliği | $u_{\bar{H}}$ | $u_{\bar{H}} = \frac{t \cdot s_H}{\sqrt{n}}$ | $n = 5$ için $t = 1,14$ | $u_{\bar{H}} = \frac{1,14 \times 0,17}{\sqrt{5}} = 0,09$ |
| Numunenin deneye tabi tutulmasında ortalama değer ve standart sapma | \bar{x} s_x | $\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$ $s_x = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$ | $n = 5$ numune üzerinde 5 ölçüm. Not 3'e bakınız. $n = 1$ ise $s_x = 0$. Sertifika belirsizliğinin sadece belirli ölçüme ait olduğu numunenin tamamına ait olmadığı belirtilmelidir. | Tek değerler 62,1- 61,5- 61,2- 63,1- 60,3 $\bar{x} = 61,64$ $s_x = 1,04$ |

7. Rockwell Sertlik deneyi belirsizlik hesabı



$$U = k \cdot \sqrt{u_E^2 + u_{CRM}^2 + u_{\bar{H}}^2 + u_{\bar{x}}^2 + u_{ms}^2}$$

| Belirsizliğin kaynakları | Semboller | Formül | Literatür/Sertifika | Örnek [.] = HRC |
|---|-----------|---|--|---|
| Bir deney parçasında ölçüm yaparken standart belirsizlik | u_x | $u_x = \frac{t \cdot s_x}{\sqrt{n}}$ | n = 5 için t = 1,14 | $u_x = \frac{1,14 \times 1,04}{\sqrt{5}} = 0,53$ |
| Uzunluk ölçüm sisteminin çözünürlüğüne göre standart belirsizlik | u_{ms} | $u_{ms} = \frac{\delta_{ms}}{2\sqrt{3}}$ | $\delta_{ms} = 1$ HRC | $u_{ms} = \frac{0,1}{2\sqrt{3}} = 0,03$ |
| Sertlik deney cihazının kalibrasyon değerinden sapması | \bar{b} | $\bar{b} = \bar{H} - \bar{x}_{CRM}$ | Aşama 2 ve 3. Not 4'e bakınız. | $b_1 = 60,96 - 60,82 = 0,14$ $b_2 = 60,88 - 60,82 = 0,06$ |
| b sapmasının standart sapması | s_b | $\bar{b} = \frac{1}{n_m} \sum_{i=1}^{n_m} b_i$ $s_b = \sqrt{\frac{1}{n_m - 1} \sum_{i=1}^{n_m} (b_i - \bar{b})^2}$ | Aşama 8 $n_m = 2$ için ölçüm serisinin sayısı | $\bar{b} = 0,10$ $s_b = 0,0565$ |
| b tayininin standart belirsizliği. Sadece ikinci seri ölçümden sonra tayin edilebilir | u_b | $u_b = \frac{t \cdot s_b}{\sqrt{n_m}}$ | Aşama 9 $n_m = 2$ için t = 1,84 Not 5'e bakınız. | $u_b = \frac{1,84 \times 0,0565}{\sqrt{2}} = 0,07$ |
| Genişletilmiş belirsizliğin tayini | U | $U = k \cdot \sqrt{u_E^2 + u_{CRM}^2 + u_{\bar{H}}^2 + u_{\bar{x}}^2 + u_{ms}^2}$ | Aşama 1 - 7 k = 2 | $U = 2 \cdot \sqrt{0,54^2 + 0,15^2 + 0,08^2 + 0,53^2 + 0,03^2}$ $U = 1,55$ HRC |
| Ölçüm sonucu | \bar{x} | $\bar{x} = \bar{x} + U$ | Aşama 5 ve 11 | $\bar{x} = (61,6 \pm 1,6)$ HRC(M1) |

Örnek Hesaplama



Tablo 1. Sertlik test numunesi üzerinden alınan ölçüm değerleri

| Ölçülen Sertlik değerleri | | | | | Ortalama |
|---------------------------|------|------|------|------|----------|
| HRC | | | | | HRC |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | x |
| 61,2 | 60,3 | 59,9 | 60,7 | 60,4 | 60,5 |

Tablo 2. Referans sertlik bloğundan alınan ölçüm değerleri ve hesaplamaları

| Ölçülen Sertlik değerleri | | | | | Ortalama | Standart sapma | Referans Blok değeri | Sapma |
|---------------------------|------|------|------|------|----------|----------------|----------------------|-------|
| HRC | | | | | HRC | HRC | HRC | HRC |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | H | S _H | X _{CRM} | b |
| 61,7 | 61,9 | 62,0 | 62,1 | 62,1 | 61,96 | 0,17 | 62,82 | -0,86 |

Örnek Hesaplama



Tablo 1. Sertlik test numunesi üzerinden alınan ölçüm değerleri

| Ölçülen Sertlik değerleri | | | | | Ortalama |
|---------------------------|------|------|------|------|----------|
| HRC | | | | | HRC |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | x |
| 61,2 | 60,3 | 59,9 | 60,7 | 60,4 | 60,5 |

M1 metod için belirsizlik hesabı için u_H değeri 4 formülünde olduğu şekilde

$$u_H = t \times s_H = 1,14 \times 0,17 = 0,19 \text{ HRC}$$

u_{ms} değeri 6 formülünde olduğu şekilde

$$u_{ms} = \delta_{ms} / 2\sqrt{3} = 0,1 / 2\sqrt{3} = 0,03 \text{ HRC}$$

$$u_{HTM} = U_{HTM} / 2 = 0,66 / 2 = 0,33 \text{ HRC}$$

3 nolu formül kullanılarak belirsizlik değeri (U_{corr})

$$U_{corr} = k \times \sqrt{(u_H^2 + u_{ms}^2 + u_{HTM}^2)} = 2 \times \sqrt{(0,19^2 + 0,03^2 + 0,33^2)} = 0,76 \text{ HRC}$$

M1 metod belirsizlik beyanı olarak 8 ve 9 nolu formülde verildiği şekilde,

$$X_{corr} = (x - b) \pm U_{corr} = (60,5 - (-0,86)) \pm 0,76 = (61,36 \pm 0,76) \text{ HRC}$$

$$X_{ucorr} = x \pm (U_{corr} + |b|) = 60,5 \pm (0,76 + 0,86) = (60,5 \pm 1,62) \text{ HRC}$$

Örnek Hesaplama



Tablo 1. Sertlik test numunesi üzerinden alınan ölçüm değerleri

| Ölçülen Sertlik değerleri | | | | | Ortalama |
|---------------------------|------|------|------|------|----------|
| HRC | | | | | HRC |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | x |
| 61,2 | 60,3 | 59,9 | 60,7 | 60,4 | 60,5 |

M2 metod için belirsizlik hesabı için u_H değeri yine 4 formülünde olduğu şekilde,

$$u_H = t \times s_H = 1,14 \times 0,17 = 0,19 \text{ HRC}$$

u_{ms} değeri yine 6 formülünde olduğu şekilde

$$u_{ms} = \delta_{ms} / 2\sqrt{3} = 0,1 / 2\sqrt{3} = 0,03 \text{ HRC}$$

$$u_{HTM} = U_{HTM} / 2 = 0,66 / 2 = 0,33 \text{ HRC}$$

b_E değeri ise EN ISO 6508-2:2015 standardında verilen tablo 2 deki Rocwell C skalası için müsaade edilen sapma değeri olan $b_E = \pm 1,5 \text{ HRC}$ olarak alınır.

10 nolu formül kullanılarak belirsizlik değeri (U)

$$U = k \times \sqrt{(u_H^2 + u_{ms}^2)} + b_E = 2 \times \sqrt{(0,19^2 + 0,03^2)} + 1,5 = 1,89 \text{ HRC}$$

M2 metod belirsizlik beyanı olarak 11 nolu formülde verildiği şekilde,

$$X = x \pm U = (60,5 \pm 1,9) \text{ HRC}$$

Diğer belirsizlik parametreleri



Aşağıdaki parametrelerin deney sonuçları üzerinde etkisi olduğu düşünülür;

- Testleri gerçekleştiren personel farklılığı,
- Testlerin yapılması sırasındaki deney sıcaklık farklılığı,
- Deneilerin yapılması sırasındaki hız farklılığı,
- Deney numunelerinin hazırlanması sırasındaki işleme ve geometri farklılığı,
- Deney numunelerinin makine çenelerine tutturulma yöntemi,
- Çeneler arasındaki eksen kaçıklıklarından kaynaklanan kuvvet uygulama farklılıkları,
- Malzeme test makinalarının özelliklerindeki farklılıklar
- Malzeme test makinalarının yazılımından kaynaklanan farklar,
- Ekstansometrenin geometrisinden kaynaklanan numuneye bağlanması sırasında oluşan farklılıklardır.

Diğer belirsizlik parametreleri



Deneyleri yapılacak numunelerin malzeme yapısından kaynaklanabilecek ve deney sonuçları üzerinde etkisi olduğu düşünülen parametreler aşağıda sıralanmıştır;

- Malzemenin üretimi sırasındaki ekstrüzyon yönü,
- Malzeme karışımı veya alaşım oranlarındaki farklılıklar,
- Döküm içindeki farklı yığılmalar,
- Haddelme yönü,
- Soğutma hız farklılığı,
- Isıl işlem sıcaklık ve zaman farklılıkları

Tüm bu sayılan parametreler bir istatistiksel yaklaşım ile belirsizlik bütçesine ilave edilebilir.

Belirsizlik hesabı ile ilgili olarak Uluslar arası/ulusal standart, konu ile ilgili referans doküman bulunmadığı durumda, yukarıda verilen maddelere benzer şekilde deney sonuçlarına etkiyen parametrelerden belirsizlik bütçenizi oluşturabilirsiniz.

7. Sonuç ve öneriler

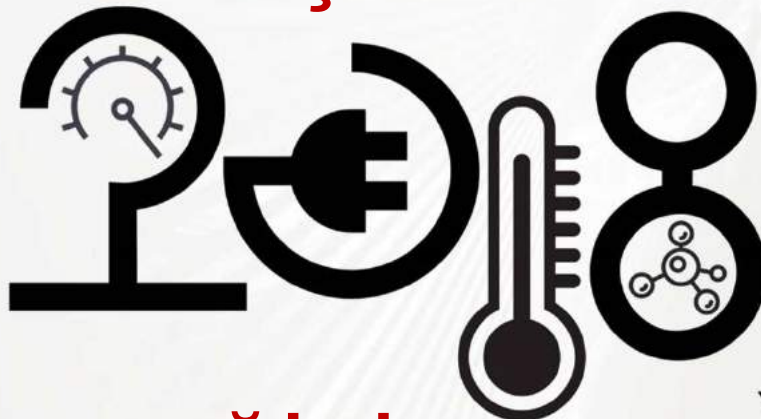


Deneysel olarak yapılan tüm ölçümlerinin kalitesinin göstergesi ölçüm belirsizliği değeridir. Ölçüm belirsizliklerinin doğru parametreler katılarak en düşük seviyede olacak şekilde hesaplanması arzu edilen durumdur. Bu kapsamda ölçüm yapan ve akredite olan deney laboratuvarları için belirsizlik hesaplamasına yardımcı olmak amacıyla bu çalışma hazırlanmıştır. Verilen sayısal örnek ile hesaplamadaki tüm aşamalar açıklanmıştır. Bu sayede, mekanik ölçümleri yapan veya kullanan konu ile ilgili kişilere belirsizlik hesabı hakkında detaylı ve doğru bir bilgi iletilmesi hedeflenmiştir.

Teşekkür ederim..



ÖLÇÜMLE



DEĞİŞİME..

ÖLÇÜM İÇİN
DOĞRU MERKEZ

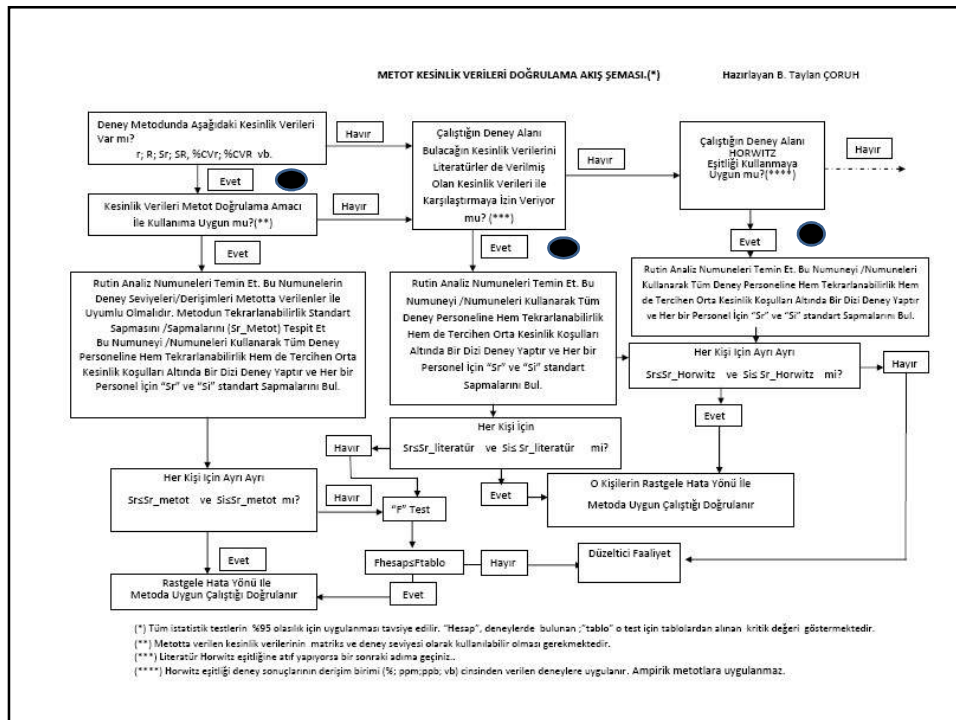


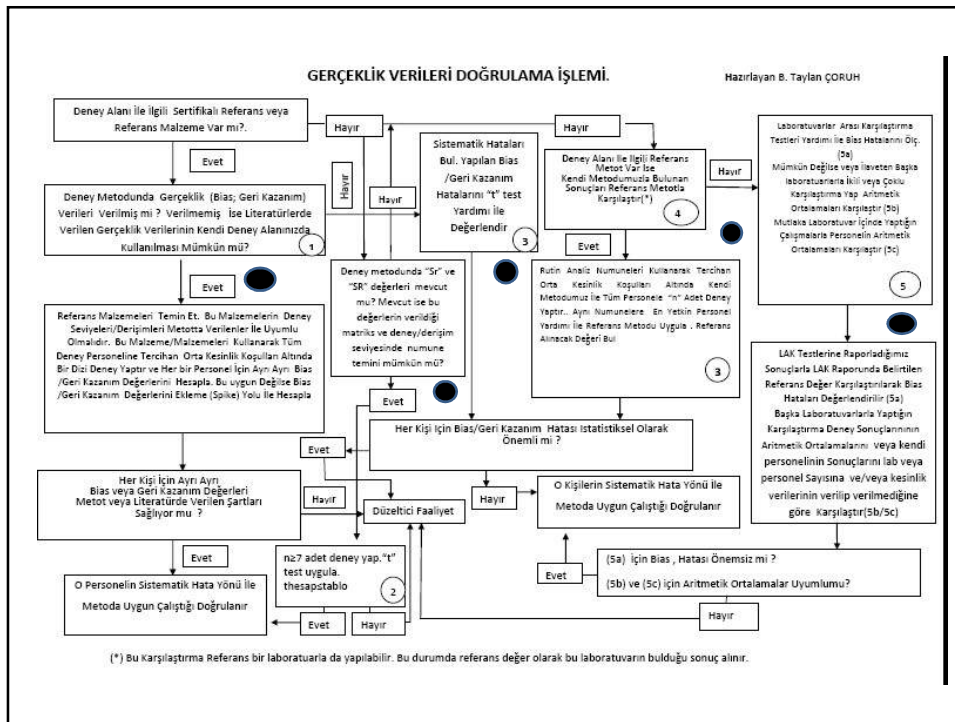
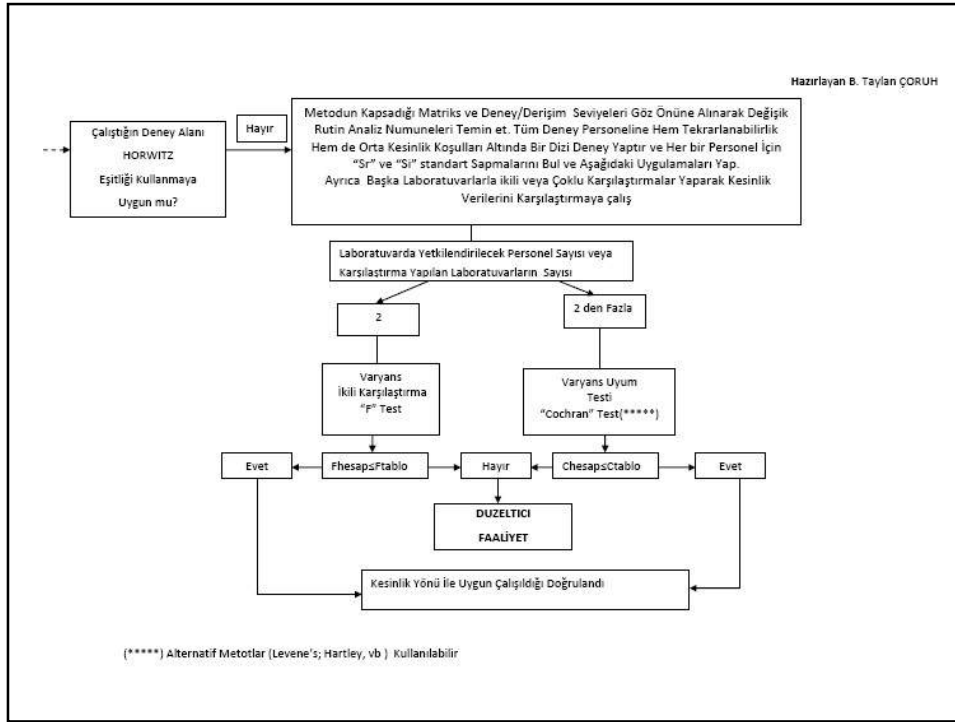


IV. ULAG

FARKLI DENEY ALANLARI ÖRNEKLERİ ÜZERİNDEN UYGULAMALI METOT DOĞRULAMASI / TEYİDİ

Taylan Çoruh





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 parametric value (Note 1) | Precision % of parametric value (Note 2) | Limit of detection % of parametric 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.

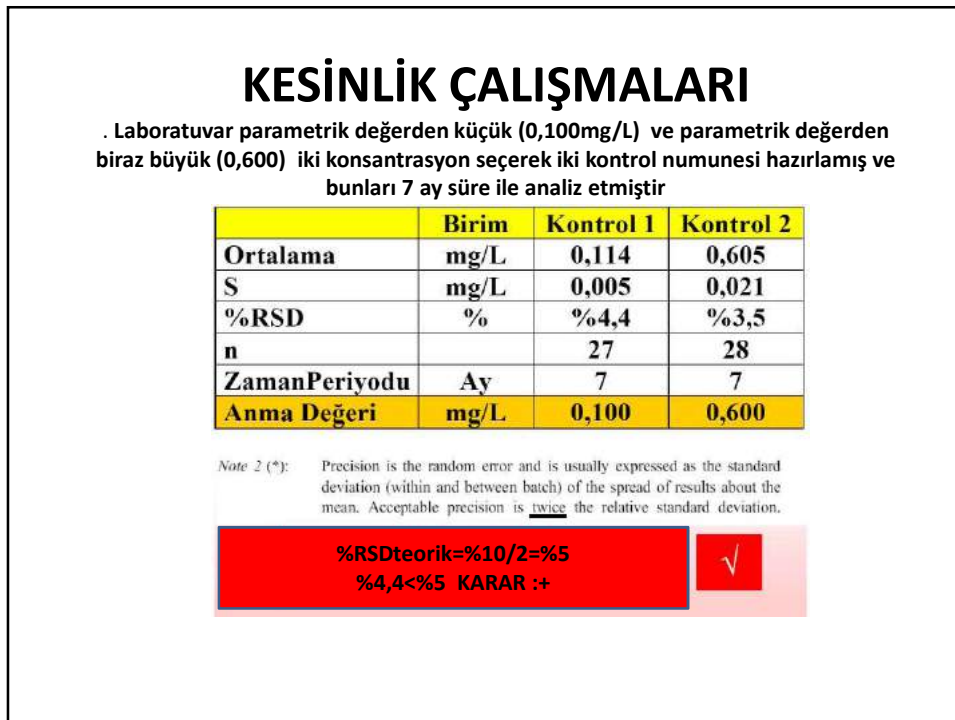
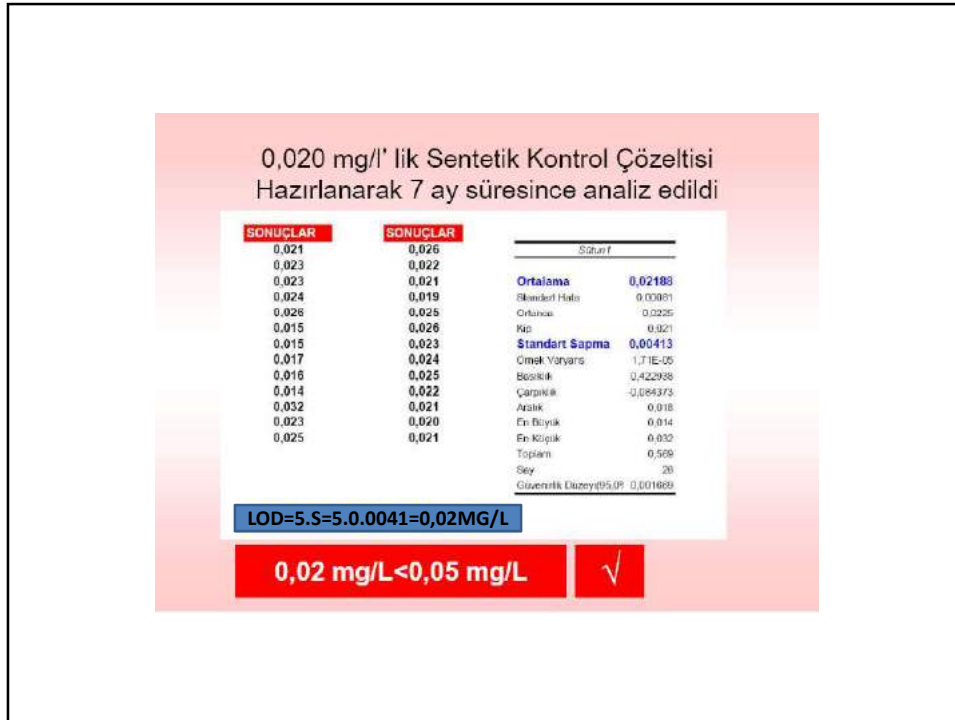
Dedeksiyon Limit Çalışması (LOD)

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)**



GERÇEKLIK ÇALIŞMASI

Laboratuvar Düzenli Olarak Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Testlerine Katılmaktadır.

Son 3 Yıl İçinde Yılda İki Kez Olmak Üzere Toplam 6 Kez Bu Çalışmalara Katılmış Olup Laboratuvar Gerçekliğini(biasını) Bu Çalışmaların Sonuçlarından Hesaplamak İstemektedir.

| 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 | | |

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

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

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

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

$$U(bias) = \sqrt{2.25^2 + 1.5^2} = \%2.71$$

Teorik Gerçeklik %10

%2,7<%10

Karar: +

ASTM D 93 (PARLAMA NOKTASI)

VERİLENLER

$$r=0,029\bar{X} ; R=0,071\bar{X} ; \bar{X} = \text{OrtalamaDeğer}$$

NIST SRM 8518

$$68,7 C^0 \pm 1,4C^0 (k=2; \%95)$$

| X Derece | r | R | Sr=r/2,8 | SR=R/2,8 | RSDr% | RSDR% |
|----------|-------|-------|----------|----------|-------|-------|
| 40 | 1,16 | 2,84 | 0,41 | 1,01 | 1,0 | 2,5 |
| 50 | 1,45 | 3,55 | 0,52 | 1,27 | 1,0 | 2,5 |
| 60 | 1,74 | 4,26 | 0,62 | 1,52 | 1,0 | 2,5 |
| 68 | 1,97 | 4,83 | 0,70 | 1,72 | 1,0 | 2,5 |
| 100 | 2,90 | 7,10 | 1,04 | 2,54 | 1,0 | 2,5 |
| 150 | 4,35 | 10,65 | 1,55 | 3,80 | 1,0 | 2,5 |
| 200 | 5,80 | 14,20 | 2,07 | 5,07 | 1,0 | 2,5 |
| 250 | 7,25 | 17,75 | 2,59 | 6,34 | 1,0 | 2,5 |
| 300 | 8,70 | 21,30 | 3,11 | 7,61 | 1,0 | 2,5 |
| 350 | 10,15 | 24,85 | 3,63 | 8,88 | 1,0 | 2,5 |
| 360 | 10,44 | 25,56 | 3,73 | 9,13 | 1,0 | 2,5 |

Laboratuvarıda 3 kişi çalışmakta olup sonuçlar referans malzeme ile yapılan tekrarlanabilirlik çalışmalarından elde edilmiştir.

| SONUÇ | A | B | C |
|----------|--------------|--------------|--------------|
| 1 | 68,7 | 69,2 | 68,5 |
| 2 | 69,1 | 69,1 | 69,1 |
| 3 | 68,5 | 68,5 | 68,5 |
| 4 | 68,9 | 68,9 | 68,9 |
| 5 | 68,5 | 68,5 | 68,5 |
| 6 | 68,7 | 68,7 | 68,7 |
| 7 | 68,8 | 68,8 | 68,9 |
| 8 | 68,9 | 68,9 | 68,9 |
| 9 | 69,1 | 69,1 | 69,5 |
| 10 | 68,6 | 69,2 | 68,6 |
| Xort | 68,78 | 68,89 | 68,81 |
| SrA/B/C | 0,22 | 0,26 | 0,32 |
| Sr_metot | 0,70 | 0,70 | 0,70 |
| | SrA<Sr_Metot | SrB<Sr_Metot | SrC<Sr_Metot |
| | Uygun | Uygun | Uygun |
| b | 0,08 | 0,19 | 0,11 |
| %b | 0,1 | 0,3 | 0,2 |
| Ub | 0,70 | 0,70 | 0,71 |
| 2*Ub | 1,41 | 1,41 | 1,41 |
| | b <2Ub | b <2Ub | b <2Ub |
| | Önemsiz | Önemsiz | Önemsiz |

Alternatif

$$b = \Delta = 68,89 - 68,7 = 0,19$$

$$Sr = 0,70$$

$$SR = 1,72$$

$$Sr_{Lab.} = 0,26$$

$$SL = \sqrt{SR^2 - Sr^2} = \sqrt{1,72^2 - 0,70^2} = 1,57$$

$$SD = \sqrt{SL^2 + \frac{Sr_{Lab.}^2}{10}} = \sqrt{1,57^2 + \frac{0,26^2}{10}} = 1,60$$

$$b = \Delta p \ 2SD$$



TÜRK STANDARDI

TURKISH STANDARD

TS EN ISO 11885

Ocak 2010

ICS 13.060.50

**SU KALİTESİ - SEÇİLMİŞ ELEMENTLERİN TÜMEVARIMLI
OLARAK BAĞLANMIŞ PLAZMA OPTİK EMİSYON
SPEKTROMETRESİYLE (ICP-OES) TAYİNİ**

Water quality - Determination of selected elements by
inductively coupled plasma optical emission spectrometry
(ICP-OES)

XXX Laboratuvarında 3 kişi çalışmaktadır. Bu laboratuvarında TS EN ISO 11885 Standardına göre ICP-OES kullanılarak atık suda ağır element analizi yapılmaktadır. Kullanılan metot standart metot olup "Cd" tayininden akredite olunması planlanmaktadır. Bu elemente ait standardın içerisinde mevcut olan performans parametreleri tespit edilmiş ve aşağıda verilmiştir. Laboratuvar metot teyidi (doğrulaması) amacı ile deney metodu kesinlik verilerini esas alarak referans değeri 60 µg/L" ve olan bir "Cd" çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltinin matriks uyumlu olması ve girişim etkisini ölçebilmesi için deney metodunda kullandığı dalga boyu için verilen girişim yapan elementleri de (As, Cr; Fe ve Sb) bu çözeltiliye ilave etmiştir. Hazırlanan bu çözelti 3 personel tarafından hem tekrarlanabilirlik hem de orta kesinlik (laboratuvar içi uyarlık) koşulları altında deneye tabi tutularak 10 ar adet **bağımsız** deney sonucu elde edilmiş ve bulunan sonuçlar aşağıda verilmiştir

| Sonuç | A | B | C | Gün | A | B | C |
|-------|------|------|------|-----|------|------|------|
| 1 | 59,8 | 60,5 | 60,5 | 1 | 63,3 | 61,2 | 63,4 |
| 2 | 60,2 | 60,2 | 60,2 | 2 | 60,2 | 57,5 | 60,2 |
| 3 | 57,8 | 62,4 | 62,4 | 3 | 57,8 | 58,9 | 62,4 |
| 4 | 60,3 | 60,3 | 60,3 | 4 | 60,3 | 59,8 | 58,9 |
| 5 | 59,6 | 61,2 | 61,2 | 5 | 59,6 | 61,2 | 62,9 |
| 6 | 60,1 | 60,1 | 60,1 | 6 | 58,7 | 60,1 | 60,1 |
| 7 | 60,3 | 60,3 | 60,3 | 7 | 61,2 | 60,3 | 60,3 |
| 8 | 60,2 | 60,2 | 58,7 | 8 | 57,5 | 60,2 | 58,7 |
| 9 | 60,1 | 60,1 | 60,1 | 9 | 58,9 | 60,1 | 60,1 |
| 10 | 59,8 | 58,3 | 59,8 | 10 | 59,8 | 58,3 | 57,8 |

Ayrıca LOQ değerinin tespiti amacı ile standart öngörüsü gereği reagent körü numune hazırlanarak bir dizi deneye tabi tutulmuş yanda verilen sonuçlar bulunmuştur.

0,021
0,021
0,13
0,13
0,04
0,021
0,011
0,021
0,003
0,021

- Tüm personelin Sr ve Si değerlerini bulun. Bulunan sonuçlara göre personelin rastgele hata yönü ile metoda uygun çalıştıklarını teyit edebilir misiniz?
- Bias, %bias ve geri kazanım değerlerini bularak önem testi yapın. Sistemik hata yapan personel var mıdır? Bu personelin sistemik hata yönü ile metoda uygun çalıştığı teyit edilebilir mi?
- LOQ çalışmalarına göre metodun LOD ve LOQ değerlerini bulunuz. Bu değerler standartta verilen değerle uyumlumudur?

Table 1 — Recommended wavelengths ^a, achievable limits of quantification (x_{LQ} ^b) for different types of instruments and important spectral interferences

| | | | | |
|----|---------|---|-----|--------------------|
| Cd | 214,441 | 1 | 0,9 | As, Cr, Fe, Sc, Sb |
| | 226,502 | 4 | 0,2 | As, Co, Fe, Ni |
| | 228,802 | 2 | 0,5 | As, Co, Sc |

Table B.3 — Performance data for the matrix waste water (digested as specified in ISO 15587-1 or ISO 15587-2)

| Parameter | l | n | o % | \bar{x} µg/l | x_{ass} µg/l | η % | s_R µg/l | CV_R % | s_r µg/l | CV_r % |
|-----------|-----|-----|----------|-------------------|-------------------|-------------|---------------|-------------|---------------|-------------|
| Cd | 25 | 74 | 0,0 | 56,3 | 60,0 | 93,8 | 3,82 | 6,8 | 1,64 | 2,9 |



3.10

limit of detection

 X_{LD}

smallest amount or concentration of an analyte in the test sample that can be reliably distinguished from zero

NOTE The limit of detection shall be calculated as:

$$X_{LD} = 3 s_0$$

where

 X_{LD} is the limit of detection; s_0 is the standard deviation of the outlier-free results of at least 3 measurements of a reagent blank solution (3.14)

[ISO 13530]

3.11

limit of quantification

 X_{LQ}

the smallest amount or concentration of an analyte in the test sample which can be determined with a fixed precision

EXAMPLE Relative standard deviation $s_{rel} = 33,3\%$

$$X_{LQ} = 3 X_{LD} = 9 s_0$$

[ISO 13530]

| Sonuç | A | B | C | Gün | A | B | C |
|-----------------|------|------|------|-----------------|------|------|------|
| 1 | 60 | 61 | 61 | 1 | 63 | 61 | 63 |
| 2 | 60 | 60 | 60 | 2 | 60 | 58 | 60 |
| 3 | 58 | 62 | 62 | 3 | 58 | 59 | 62 |
| 4 | 60 | 60 | 60 | 4 | 60 | 60 | 59 |
| 5 | 60 | 61 | 61 | 5 | 60 | 61 | 63 |
| 6 | 60 | 60 | 60 | 6 | 59 | 60 | 60 |
| 7 | 60 | 60 | 60 | 7 | 61 | 60 | 60 |
| 8 | 60 | 60 | 59 | 8 | 58 | 60 | 59 |
| 9 | 60 | 60 | 60 | 9 | 59 | 60 | 60 |
| 10 | 60 | 58 | 60 | 10 | 60 | 58 | 58 |
| Xort | 60 | 60 | 60 | Xort | 60 | 60 | 60 |
| Sr | 0,75 | 1,02 | 0,95 | Si | 1,70 | 1,19 | 1,87 |
| Sr_metot | 1,6 | 1,6 | 1,6 | Sr_metot | 1,6 | 1,6 | 1,6 |
| Fhesap | NA | NA | NA | Fhesap | 1,07 | NA | 1,29 |
| Ftablo | NA | NA | NA | Ftablo | 2,70 | NA | 2,70 |
| Kesinlik(karar) | OK | OK | OK | Kesinlik(Karar) | OK | OK | OK |
| b | -0,2 | 0,4 | 0,4 | b | -0,3 | -0,2 | 0,5 |
| %b | -0,3 | 0,6 | 0,6 | %b | -0,5 | -0,4 | 0,8 |
| %R | 100 | 101 | 101 | %R | 100 | 100 | 101 |
| thesap | 0,76 | 1,12 | 1,20 | thesap | 0,50 | 0,64 | 0,81 |
| ttablo | 2,26 | 2,26 | 2,26 | ttablo | 2,26 | 2,26 | 2,26 |
| Bias(Karar) | OK | OK | OK | Bias(Karar) | OK | OK | OK |

LOQ Çalışması

0,021

0,021

0,130

0,130

0,040

0,021

0,011

0,021

0,003

0,021

S 0,047

LOD= 0,14

LOQ= 0,43

$$LOQ_{Metot} = 0,9 \mu g / L$$

$$LOQ_{Lab.} = 0,4 \mu g / L$$

$$LOQ_{Lab.} \leq LOQ_{Metot}$$

**INTERNATIONAL
STANDARD****ISO
527-2****Plastics — Determination of tensile
properties —**

Part 2:

**Test conditions for moulding and
extrusion plastics****Precision statement****B.1 Definitions and information**

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 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.1 — Precision, tensile modulus (MPa)

| | | $L_0 = 50 \text{ mm}$ | | | | |
|----------|------------------|-----------------------|-------|-------|-------|-------|
| Material | n_{Lab} | Average | s_r | s_R | r | R |
| RAHECO | 7 | 435 | 17 | 30 | 47 | 83 |
| ABS | 6 | 1 799 | 15 | 92 | 42 | 258 |
| PC | 6 | 2 448 | 34 | 98 | 94 | 274 |
| PMMA | 7 | 3 375 | 33 | 136 | 92 | 381 |
| POM GF30 | 7 | 8 641 | 229 | 425 | 641 | 1 190 |
| PBT GF30 | 6 | 9 882 | 168 | 680 | 471 | 1 904 |
| LCP | 7 | 30 414 | 966 | 2 547 | 2 705 | 7 131 |
| | | $L_0 = 75 \text{ mm}$ | | | | |
| Material | n_{Lab} | Average | s_r | s_R | r | R |
| RAHECO | 7 | 491 | 8 | 29 | 21 | 80 |
| ABS | 6 | 1 799 | 14 | 63 | 40 | 175 |
| PC | 6 | 2 456 | 23 | 78 | 64 | 217 |
| PMMA | 7 | 3 411 | 36 | 79 | 102 | 220 |
| POM GF30 | 7 | 8 711 | 86 | 291 | 242 | 816 |
| PBT GF30 | 6 | 9 954 | 119 | 370 | 332 | 1 037 |
| LCP | 7 | 30 580 | 1 014 | 1 699 | 2 840 | 4 757 |


Laboratuvarda 3 kişi çalışmakta olup “ISO 527-2” testinden metot doğrulaması yapmak istemektedirler. Kullandıkları metot mekanik özelliği ölçmeye yönelik olup metot içinde kesinlik ve bias ile ilgili kullanılabilir hiçbir bilgi yer almamaktadır. Ayrıca, bu metotla ilgili LAK testi de düzenlenmemektedir. Bunun üzerine laboratuvar 3 ayrı matriks olarak yorumlanabilecek farklı mekanik dayanımlara sahip polimer numuneleri temin ederek her personel için ayrı ayrı hem tekrarlanabilirlik hem de laboratuvar içi uyarlık çalışması yapmış ve laboratuvar içi uyarlık çalışması sonucunda bulunan sonuçlar tablo 1 de verilmiştir. Ayrıca 2 farklı seviyede hazırlanan numuneler başka laboratuvara yollanarak karşılıklı çalışma yapılmış ve metot teyidinde ek veri temin edilmek istenmiştir. Bu çalışma da bulunan sonuçlar tablo 2 de verildiğine göre

Metot teyidi yapınız ve 2 laboratuvarın yaptığı ortak çalışmalarını karşılaştırıp sonuçları yorumlayınız.

| TABLO 1 | | | | | | | | |
|---------|------|------|-------|-------|-------|--------|--------|--------|
| A | B | C | A | B | C | A | B | C |
| 5,12 | 5,11 | 5,11 | 20,16 | 22,16 | 21,03 | 96,23 | 102,27 | 98,89 |
| 4,98 | 4,98 | 4,98 | 21,03 | 21,87 | 20,15 | 104,36 | 96,73 | 98,78 |
| 5,13 | 4,90 | 4,90 | 20,15 | 20,16 | 22,98 | 99,98 | 103,20 | 106,20 |
| 5,11 | 5,12 | 5,11 | 21,23 | 21,03 | 20,13 | 103,10 | 95,26 | 94,21 |
| 4,98 | 5,03 | 4,98 | 20,13 | 20,15 | 20,19 | 102,27 | 98,89 | 108,20 |
| 4,90 | 5,11 | 4,90 | 20,19 | 22,98 | 21,13 | 96,73 | 98,78 | 109,87 |
| 5,24 | 5,21 | 5,34 | 21,13 | 23,76 | 24,12 | 103,20 | 106,20 | 111,23 |
| 5,11 | 4,98 | 5,12 | 21,03 | 20,13 | 22,16 | 98,78 | 104,36 | 95,26 |
| 4,98 | 5,13 | 5,13 | 20,15 | 20,19 | 21,87 | 106,20 | 99,98 | 98,89 |
| 4,90 | 5,11 | 5,11 | 22,98 | 21,13 | 20,16 | 94,21 | 103,10 | 98,78 |

| TABLO 2 | | | |
|---------|------|-------|--------|
| LabA | LabB | LabA | LabB |
| 5,13 | 5,22 | 104,4 | 96,73 |
| 5,22 | 5,23 | 99,98 | 103,2 |
| 5,11 | 5,11 | 103,1 | 95,26 |
| 4,98 | 4,98 | 102,3 | 98,89 |
| 4,9 | 4,9 | 98,89 | 98,78 |
| 5,12 | 5,11 | 98,78 | 104,36 |
| 5,03 | 4,98 | 106,2 | 99,98 |
| 5,11 | 4,9 | 94,21 | 103,1 |
| 5,21 | 5,34 | 94,98 | 99,87 |
| 5,33 | 5,32 | 99,2 | 99,83 |

| | A | B | C | A | B | C | A | B | C |
|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|--------|--------|--------|
| 5,12 | 5,11 | 5,11 | 20,16 | 22,16 | 21,03 | 96,23 | 102,27 | 98,89 | |
| 4,98 | 4,98 | 4,98 | 21,03 | 21,87 | 20,15 | 104,36 | 96,73 | 98,78 | |
| 5,13 | 4,90 | 4,90 | 20,15 | 20,16 | 22,98 | 99,98 | 103,20 | 106,20 | |
| 5,11 | 5,12 | 5,11 | 21,23 | 21,03 | 20,13 | 103,10 | 95,26 | 94,21 | |
| 4,98 | 5,03 | 4,98 | 20,13 | 20,15 | 20,19 | 102,27 | 98,89 | 108,20 | |
| 4,90 | 5,11 | 4,90 | 20,19 | 22,98 | 21,13 | 96,73 | 98,78 | 109,87 | |
| 5,24 | 5,21 | 5,34 | 21,13 | 23,76 | 24,12 | 103,20 | 106,20 | 111,23 | |
| 5,11 | 4,98 | 5,12 | 21,03 | 20,13 | 22,16 | 98,78 | 104,36 | 95,26 | |
| 4,98 | 5,13 | 5,13 | 20,15 | 20,19 | 21,87 | 106,20 | 99,98 | 98,89 | |
| 4,90 | 5,11 | 5,11 | 22,98 | 21,13 | 20,16 | 94,21 | 103,10 | 98,78 | |
| Xort | 5,05 | 5,07 | 5,07 | 20,82 | 21,36 | 21,39 | 100,51 | 100,88 | 102,03 |
| S | 0,113 | 0,093 | 0,132 | 0,896 | 1,301 | 1,378 | 3,941 | 3,506 | 6,231 |
| Var | 0,013 | 0,009 | 0,018 | 0,803 | 1,692 | 1,898 | 15,535 | 12,294 | 38,821 |
| Chesap= | | | 0,45 | | | 0,43 | | | 0,58 |
| CTablo0,95= | 0,62 | | | | | | | | |


Varyans Uyumlu

Anova: Tek Etken

ÖZET

| Gruplar | Say | Toplam | Ortalama | Varyans |
|---------|-----|--------|----------|----------|
| A | 10 | 50,45 | 5,045 | 0,012672 |
| B | 10 | 50,68 | 5,068 | 0,008573 |
| C | 10 | 50,68 | 5,068 | 0,017529 |

ANOVA

| Varyans Kaynağı | SS | df | MS | F | P-değeri | F ölçütü |
|------------------|----------|----|-------------|-------------|----------|-------------|
| Gruplar Arasında | 0,003527 | 2 | 0,001763333 | 0,14 | 0,873065 | 3,35 |
| Gruplar İçinde | 0,34897 | 27 | 0,012924815 | | | |
| Toplam | 0,352497 | 29 | | | | |

Aritmetik Ortalamalar Uyumlu

Anova: Tek Etken

ÖZET

| Gruplar | Say | Toplam | Ortalama | Varyans |
|---------|-----|--------|----------|----------|
| A | 10 | 208,18 | 20,818 | 0,802707 |
| B | 10 | 213,56 | 21,356 | 1,692449 |
| C | 10 | 213,92 | 21,392 | 1,897729 |

ANOVA

| Varyans Kaynağı | SS | df | MS | F | P-değeri | F ölçütü |
|------------------|------------|----|----------|-------------|----------|-------------|
| Gruplar Arasında | 2,06738667 | 2 | 1,033693 | 0,71 | 0,502533 | 3,35 |
| Gruplar İçinde | 39,53596 | 27 | 1,464295 | | | |
| Toplam | 41,6033467 | 29 | | | | |

Aritmetik Ortalamalar Uyumlu

Anova: Tek Etken

ÖZET

| Gruplar | Say | Toplam | Ortalama | Varyans |
|---------|-----|---------|----------|----------|
| A | 10 | 1005,06 | 100,506 | 15,53454 |
| B | 10 | 1008,77 | 100,877 | 12,29362 |
| C | 10 | 1020,31 | 102,031 | 38,82143 |

ANOVA

| Varyans Kaynağı | SS | df | MS | F | P-değeri | F ölçütü |
|-----------------|-----------|----|----------|-------------|----------|-------------|
| Gruplar | | | | | | |
| Arasında | 12,64994 | 2 | 6,32497 | 0,28 | 0,754473 | 3,35 |
| Gruplar içinde | 599,84634 | 27 | 22,21653 | | | |
| Toplam | 612,49628 | 29 | | | | |

Aritmetik Ortalamalar Uyumlu

| | LabA | LabB | LabA | LabB |
|---------|------|------|--------|--------|
| | 5,13 | 5,22 | 104,36 | 96,73 |
| | 5,22 | 5,23 | 99,98 | 103,2 |
| | 5,11 | 5,11 | 103,1 | 95,26 |
| | 4,98 | 4,98 | 102,27 | 98,89 |
| | 4,92 | 4,91 | 98,89 | 98,78 |
| | 5,12 | 5,11 | 98,78 | 104,36 |
| | 5,03 | 4,98 | 106,2 | 99,98 |
| | 5,11 | 4,9 | 94,21 | 103,1 |
| | 5,21 | 5,34 | 94,98 | 99,87 |
| | 5,33 | 5,32 | 99,2 | 99,83 |
| Xort | 5,12 | 5,11 | 100,2 | 100,0 |
| S | 0,12 | 0,16 | 3,9 | 2,9 |
| Var | 0,01 | 0,03 | 14,9 | 8,3 |
| Fhesap | 1,9 | | 1,8 | |
| Ftablo= | 4,0 | | | |

$$F_{hesap} < p < F_{tablo,0,95}$$

Varyanslar Uyumlu

| t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek | | | t-Test: Eşit Varyanslar Varsayarak İki Örnek | | |
|--|-------------------------------|-------|--|-------------------------------|--------|
| | Değişke Değişken | | | Değişken Değişken | |
| | n 1 | 2 | | 1 | 2 |
| Ortalama | 5,114 | 5,109 | Ortalama | 100,2 | 100 |
| Varyans | 0,01536 | 0,027 | Varyans | 14,879 | 8,3096 |
| Gözlem | 10 | 10 | Gözlem | 10 | 10 |
| Birikimli Varyans | 0,02132 | | Birikimli Varyans | 11,594 | |
| Öngörülen | | | Öngörülen | | |
| Ortalama Farkı | 0 | | Ortalama Farkı | 0 | |
| df | 18 | | df | 18 | |
| | t Stat 0,08 | | | t Stat 0,13 | |
| P(T<=t) tek-uçlu | 0,4699 | | P(T<=t) tek-uçlu | 0,4493 | |
| t Kritik tek-uçlu | 1,73406 | | t Kritik tek-uçlu | 1,7341 | |
| P(T<=t) iki-uçlu | 0,93981 | | P(T<=t) iki-uçlu | 0,8985 | |
| | t Kritik iki-uçlu 2,10 | | | t Kritik iki-uçlu 2,10 | |

Deney metodunda kesinlik ve bias ile ilgili hiçbir bilgi yoktur (veya matriks yönü ile verilen kesinlik değerleri kullanılabilir durumda değildir). Laboratuvar laboratuvarlar arası karşılaştırma testinden (LAK) başarılı sonuç almıştır. Laboratuvar LAK testinden artan ve referans değeri 15,2 N olarak atanmış numunelerden temin ederek 4 personele ara kesinlik koşullarında bir dizi deney yaptırarak aşağıdaki sonuçları bulmuştur. 4 personelin metoda uygun çalıştığına dair objektif delil elde ediniz.

Atanmış Değer 15,2 N

| Personel | 1GÜN | 2GÜN | 3GÜN | 4GÜN | 5GÜN | 6GÜN | 7GÜN |
|----------|------|------|------|------|------|------|------|
| A | 15,7 | 15,2 | 15,4 | 15,5 | 15,1 | 15,6 | 15,3 |
| B | 15,1 | 15,1 | 15,2 | 15,5 | 15,1 | 15,3 | 15,2 |
| C | 14,8 | 15,3 | 14,4 | 15,5 | 15,5 | 14,5 | 15,3 |
| D | 15,1 | 14,8 | 15,3 | 14,9 | 16,2 | 14,9 | 14,8 |

BİAS ÖNEM TESTİ

| Personel | Xort | Si | b | %b | t _{hesap} | t _{tablo} | SONUÇ |
|----------|-------|------|-------|-------|--------------------|--------------------|--------------|
| A | 15,40 | 0,22 | 0,20 | 1,32 | 2,45 | 2,45 | Bias Önemsiz |
| B | 15,21 | 0,15 | 0,01 | 0,09 | 0,26 | 2,45 | Bias Önemsiz |
| C | 15,04 | 0,47 | -0,16 | -1,03 | 0,89 | 2,45 | Bias Önemsiz |
| D | 15,14 | 0,50 | -0,06 | -0,38 | 0,30 | 2,45 | Bias Önemsiz |

Personel Varyans

| | |
|---|-------|
| A | 0,047 |
| B | 0,021 |
| C | 0,220 |
| D | 0,250 |

$$C_{Hesap} = \frac{0,250}{0,047 + 0,021 + 0,220 + 0,250} = 0,46$$

$$C_{Tablo_{0,95}} = 0,56$$

$$C_{Hesap} < C_{Tablo_{0,95}} \rightarrow EnBüyükVaryansUyumlu$$

Anova: Tek Etken

ÖZET

| Gruplar | Say | Toplam | Ortalama | Varyans |
|---------|-----|--------|----------|---------|
| Satır 1 | 7 | 107,8 | 15,4 | 0,047 |
| Satır 2 | 7 | 106,5 | 15,2 | 0,021 |
| Satır 3 | 7 | 105,3 | 15,0 | 0,22 |
| Satır 4 | 7 | 106 | 15,1 | 0,25 |

ANOVA

| Varyans Kaynağı | SS | df | MS | F | P-değeri | F ölçütü |
|------------------|--------|----|----------|-------|----------|----------|
| Gruplar Arasında | 0,4771 | 3 | 0,159048 | 1,184 | 0,3366 | 3,0 |
| Gruplar İçinde | 3,2229 | 24 | 0,134286 | | | |
| Toplam | 3,7 | 27 | | | | |

$F > F_{ölçütü}$ →

Aritmetik ortalamalar arasındaki fark istatistiksel olarak önemsiz.



TÜRK STANDARDI
TURKISH STANDARD

TS EN ISO 17226-2

Nisan 2009

ICS 59.140.30

**DERİ - FOMALDEHİT İÇERİĞİNİN KİMYASAL TAYİNİ -
BÖLÜM 2: KOLORİMETRİK ANALİZ YÖNTEMİ**

Leather - Chemical determination of formaldehyde content -
Part 2: Method using colorimetric analysis

ISO 17226-1 standardına göre Formaldehit deneyi yapan bir laboratuarda 3 kişi çalışmaktadır Laboratuvar düşük, orta ve yüksek olmak üzere değişik formaldehit seviyelerine sahip rutin numuneler üzerinde her personel için ayrı ayrı hem tekrarlanabilirlik hem de laboratuvar içi uyarlık çalışması yapılmış ve laboratuvar içi uyarlık çalışması sonucunda bulunan sonuçlar tablo 1 de verilmiştir. Ayrıca düşük formaldehit (10 mg/kg) seviyesinde laboratuvar içi uyarlık koşullarında geri kazanım çalışmaları yapılarak bulunan sonuçlar tablo2 de verilmiştir Metodun kesinlik verilerini de göz önüne alarak

If the recovery rate (R_R) is not between 80 % and 120 %, the analysis should be repeated.

$$\%R = \%80 - \%120$$

$$\%b = \pm \%20$$

Precision: reliability of the colorimetric method

The data in Table A.1 have been obtained in a collaborative trial with 15 laboratories on leather samples with unknown levels of formaldehyde.

Table A.1 — Reliability data of the colorimetric method

| Leather sample | Mean formaldehyde content mg/kg | Repeatability r mg/kg | Reproducibility R mg/kg | Recovery rate % |
|----------------|------------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|--------------------|
| A | 9,49 | 1,74 | 3,86 | 96 |
| B | 19,14 | 2,23 | 7,10 | 94 |
| C | 30,41 | 2,94 | 8,52 | 98 |

| | D | D | D | O | O | O | Y | Y | Y |
|---------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | A | B | C | A | B | C | A | B | C |
| | 6,55 | 5,98 | 5,48 | 18,23 | 18,24 | 17,98 | 100,1 | 108,3 | 99,98 |
| | 6,53 | 5,87 | 5,5 | 18,36 | 17,98 | 18,42 | 99,85 | 98,87 | 108,3 |
| | 5,48 | 5,95 | 5,68 | 18,42 | 18,42 | 17,99 | 99,98 | 90,89 | 98,87 |
| | 5,5 | 5,95 | 6,53 | 18,24 | 17,99 | 16,11 | 100,7 | 98,29 | 96,23 |
| | 5,68 | 5,73 | 5,48 | 17,98 | 17,15 | 20,26 | 100,2 | 110,3 | 98,29 |
| | 6,53 | 5,78 | 5,87 | 18,13 | 18,24 | 21,03 | 99,98 | 114,3 | 98,87 |
| | 5,48 | 5,5 | 5,95 | 17,99 | 17,98 | 18,23 | 108,3 | 98,78 | 90,89 |
| | 5,5 | 5,68 | 5,95 | 17 | 18,13 | 18,36 | 98,87 | 99,32 | 98,29 |
| | 5,82 | 6,02 | 5,73 | 17,95 | 17,13 | 18,42 | 96,23 | 100,3 | 110,3 |
| | 5,86 | 6,12 | 5,78 | 18,03 | 18,67 | 16,81 | 98,29 | 92,46 | 99,2 |
| Xort | 5,893 | 5,858 | 5,795 | 18,03 | 17,99 | 18,36 | 100,2 | 101,2 | 99,93 |
| Si | 0,46 | 0,19 | 0,32 | 0,40 | 0,50 | 1,43 | 3,13 | 7,56 | 5,60 |
| Fhesap= | 1,05 | OK | OK | OK | OK | 1,10 | OK | 1,03 | OK |
| Ftablo= | 4,0 | 4,0 | 4,0 | 4,0 | 4,0 | 4,0 | 4,0 | 4,0 | 4,0 |

KESİNLİK ÇALIŞMASI

| A | %RA | B | %RB | C | %RC |
|-------|------|------|------|------|------|
| 9,95 | 99,5 | 9,71 | 97,1 | 9,51 | 95,1 |
| 9,93 | 99,3 | 9,76 | 97,6 | 9,63 | 96,3 |
| 9,98 | 99,8 | 9,98 | 99,8 | 9,55 | 95,5 |
| 9,98 | 99,8 | 9,86 | 98,6 | 9,72 | 97,2 |
| 9,95 | 99,5 | 9,78 | 97,8 | 9,95 | 99,5 |
| 9,98 | 99,8 | 9,73 | 97,3 | 9,98 | 99,8 |
| 9,89 | 98,9 | 9,67 | 96,7 | 9,89 | 98,9 |
| 9,89 | 98,9 | 9,89 | 98,9 | 9,65 | 96,5 |
| 9,98 | 99,8 | 9,73 | 97,3 | 9,56 | 95,6 |
| %Rort | 99,5 | 97,9 | 97,2 | | |

GERİ KAZANIM ÇALIŞMASI

LOD ve LOQ TEYİDİ

- 1) DENEY PROSEDÜRÜNDE ÖNGÖRÜLEN METOTLA HESAPLANMIŞ OLAN LOD VE LOQ DEĞERİNİ DENEY METODUNDA VERİLEN DEĞERLERLE KIYASLA.
- 2) DENEY PROSEDÜRÜNDE ÖNGÖRÜLEN METOTLA HESAPLANMIŞ OLAN LOD VE LOQ DEĞERİNİ YASAL MEVZUATTA VERİLEN DEĞERLERLE KIYASLA.
- 3) HANGİ METOTLA HESAPLARSAN HESAPLA MÜŞTERİ ŞARTLARINI YERİNE GETİRİP GETİRMEDİĞİNE BAK.

TEBLİĞ

Gıda, Tarım ve Hayvancılık Bakanlığından:

TÜRK GIDA KODEKSİ GIDALARDA KURŞUN, KADMIYUM, CİVA, İNORGANİK KALAY, 3-MONOKLOROPROPAN 1,2-DİOL VE BENZOPIREN LİMİTLERİNİN RESMİ KONTROL İÇİN NUMUNE ALMA, NUMUNE HAZIRLAMA VE ANALİZ METODU KRİTERLERİ TEBLİĞİ

Tablo – 7
Benzopiren Analiz Metotları İçin Performans Kriteri

| Parametre | Değer/Görüş |
|----------------|--|
| Uygulama alanı | “Türk Gıda Kodeksi Gıda Maddelerindeki Bulaşanların Maksimum Limitleri Hakkında Tebliğ”de yer alan gıdalar |
| LOD | 0,3 µg/kg'dan az |
| LOQ | 0,9 µg/kg'dan az |
| Kesinlik | HORRAT ₁ veya HORRAT ₂ değerleri 2'nin altında olmalıdır. |
| Geri alma | % 50 – 120 |
| Spesifikklik | Matriks veya spektral interferanstan bağımsız, pozitif tespit doğrulaması |

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 (µg/l) | 0.1 (µg/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) |

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 UYARILIK KOŞULLARI ALTINDA , GERÇEK NUMUNELERE UYGULANAN İŞLEMLER UYGULANARAK ANALİZ EDİLMELİ VE ÇALIŞMADA BU SEVİYELERDE MADDE İLAVESİ (SİKE) YAPILMIŞ BLANK MATRİKS NUMUNELERİ veya BLANK MATRİKS NUMUNELERİ KULLANILIR.

**TESPİT SINIRININ (LOD)
DOĞRULANMASI (ISO 13530)**

**EĞER SPIKE 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 | y _{max.} | y _{ort} |
| BLANK | 0,001 | 18,196 | 13,387 | 18,196 | - |
| TESPİT SINIRI X _{Dİ} =3ng/l (spike yapılmış) | 15,573 | 19,684 | 25,432 | - | 20,230 |

TESPİT SINIRINDA SPIKE YAPILARAK BULUNAN SINYAL DEĞERİ
ORTALAMASI (20,230), MAKSİMUM BLANK SINYALINDEN (18,196) BÜYÜK.
ÖYLEYSE TEYİT EDİLDİ



4. ULUSAL LABORATUVAR
AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ
SEMPOZYUMU VE SERGİSİ
25-27 NİSAN 2018



CİHAZ KALİBRASYONU
ANALİTİK CİHAZ VALİDASYONU
(5N+1K)

İbrahim AKDAĞ

**E-Posta: ibrahim@uzmanakreditasyon.com
Web: [http:// www.uzmanakreditasyon.com](http://www.uzmanakreditasyon.com)**

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

Sunum İçeriği

- *Laboratuvarlarda kullanılan cihazlar*
- *Cihazların kullanım amaçları (Ölçüm, Analiz, Test)*
- *Cihaz Kalibrasyonu*
- *Analitik Cihaz Validasyonu*
- *Cihaz Performans Testleri (IQ+OQ+PQ)*

5N+1K

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

Test, Analiz ve Ölçüm Sonuçları

Güvenilir olmalı

- ✓ Doğru
- ✓ Tekrarlanabilir
- ✓ Belirlenen amaca uygun kalitede olmalı
- ✓ Karşılaştırılabilir olmalı
- ✓ Ulusal ve uluslararası boyutta karşılaştırılabilir olmalı

Nasıl ?

- ✓ (Metrolojik) İzlenebilirlikle
- ✓ İzlenebilir Kalibrasyonla
- ✓ İzlenebilir CRM kullanarak
- ✓ Kalite sistemi uygulayarak (Akreditasyon)

Ölçüm Parametreleri (önem sırasına göre)

- ✓ Personel eğitimi ve deneyimi (belirleyici faktör !!)
- ✓ Kullanılan analiz metodu
- ✓ Ölçüm cihazı veya sistemi
- ✓ Örnek alma ve hazırlama
- ✓ Ortam koşulları

5

Güvenilir Ölçüm Sonuçları Nasıl ?

- ✓ Metot ?
- ✓ Cihaz ?
- ✓ Laboratuvar?
- ✓ Personel ?
- ✓ Yetkili laboratuvar ?
- ✓ Akredite Laboratuvar ?
- ✓ Standart Metot, Validasyon ?
- ✓ Cihaz, kalibrasyon ?
- ✓ Laboratuvar nitelikleri?
- ✓ Personel eğitim, deneyim,
- ✓ Yeterli laboratuvar ?
- ✓ Yetkili laboratuvar , yetkilendirme??

Bu araçların etkin ve doğru kullanımı için:

- ✓ Test ve ölçümün BİLİMSEL TEMELLERİ anlaşılmalı
- ✓ Sonuçların İSTATİKSEL analizi ve yorumlanması konusunda yeterli bilgi ve deneyim
- ✓ METROLOJİ bilgisi

6

Laboratuvar Sınıflandırma

- | | |
|---------------------------------------|------------------------------------|
| Üretim-İşletme Laboratuvarları | Bağımsız Laboratuvarları |
| ✓ Üretim Kontrol | Kamu-Devlet Laboratuvarları |
| ✓ Proses Kontrol | ✓ Gıda |
| ✓ Kalite Kontrol | ✓ Çevre, |
| ✓ Hammadde Kontrol | ✓ Veterinerlik |
| ✓ AR-GE | ✓ Halk Sağlığı |
| ✓ Kalibrasyon | Özel Laboratuvarlar |
| | ✓ Gıda |
| Üniversite Laboratuvarları | ✓ Çevre |
| ✓ Eğitim | ✓ Kalibrasyon |
| ✓ AR-GE | |
| ✓ Endüstriyel Hizmet | |

7

Laboratuvar Sınıflandırma (17025 e göre)

- | | |
|--|------------------------------------|
| Test Laboratuvarları | Kalibrasyon Laboratuvarları |
| ✓ Ölçüm | ✓ Kalibrasyon |
| ✓ Analiz | |
| ✓ Test | |
| ✓ Kalibrasyon (Dahili kalibrasyon ??) | |
| ✓ AR-GE | |
| Kalibrasyon yapmak kalibrasyon laboratuvarları yetkisindedir. | |
| Test laboratuvarları kalibrasyon yapamaz !! | |
| Akreditasyon laboratuvarlara yeterlilik verir. | |
| Yetki yasal otorite tarafından verilen izindir. (yeterliliğe göre ve yasal otorite şartlarına göre verilir) | |
| <u>İki hatalı yaklaşım . (Ne , Neden ?)</u> | |
| <u>Varsayımlara dayanan karar vermek ??</u> | |
| <u>Genelleme yapmak ??</u> | |

8

Ölçme, Kalibrasyon, Test, Analiz (Metrolojik Kavramlar)

- ✓ **Ölçme:** Bir büyüklüğün değerinin bulunmasına yönelik işlemler dizisidir.
- ✓ **Analiz :** Verilen bir maddeyi veya malzemeyi oluşturan yapı taşlarını bulmak için yapılan işlemler dizisidir. (Kalitatif ve kantitatif analiz olarak iki gruba ayrılır)
- ✓ **Test :** Bir ürün , cihazın veya prosesin bir veya birden fazla özelliğini belirlemek için belli bir prosedüre göre yapılan teknik işlemlerdir. Test sonuçları ölçme ve analizle veya görsel olarak değerlendirilerek raporlanır. (Örneğin çekme testi, sıcaklığa dayanım testi, çözünme testi, stabilite testi)
- ✓ **Kalibrasyon:** Belli koşullarda bir ölçüm cihazının gösterdiği değer ile referansın gösterdiği değer arasındaki ilişkiyi belirlemek için yapılan işlemlerdir.
- ✓ **NOT: Deney metrolojik bir tanım değildir.**
- ✓ (VIM JCGM 200:2008 (TR/EN/FR) «non-defined concepts (also called "primitives") system, component, phenomenon, body, substance, property, reference, **experiment**, **examination**, **magnitude**, **material**, **device**, and **signal**

9

Ölçme ve Analiz Metotları

1-Ölçüm Metotları

2-Analiz Metotları

2-1 Gravimetrik Tayin Metotları

2-2 Titrasyon Analiz Metotları

2-3 Enstrümental Analiz Metotları

Spektrometrik Metotlar

UV-VİS, AAS, ICP-OES, ICP-MS, FT-IR

Kromatografik Metotları

GC , GC-MS, HPLC, LC-MS, IC

10

Cihazların Kullanım Amacı

Laboratuvarda Kalibrasyonu Gerekli Cihazlar

Laboratuvarda kullanılan cihazlar üç ana gruba ayrılır

1-Ölçüm Cihazları

2-Analizde kullanılan cihazlar

- ✓ Ölçüm cihazalar
- ✓ Aletli Cihazlar
- ✓ Deneysel prosedürde sabit koşulları sağlamak amacıyla kullanılan cihazlar

3-Test cihazları

- ✓ Test koşullarını sağlamak için
- ✓ Test sonucunun ölçümü için

11

Cihazların Kullanım Amacı

1-Ölçüm Cihazları

Ölçüm prosedüründe belirtilen ölçüm aralığında ve hassasiyetinde olmalı ve mutlaka izlenebilir standartlarla belirlenen periyotlarla kalibre edilmelidir.

Ayrıca ölçüm sonucuna ve belirsizliğine etki eden parametre-sıcaklık-ölçümü (kalibrasyonu) yapılır

Örnek:

- ✓ Tartım için: Terazî
- ✓ Hacim için: pipet, balon, büret , mezür

12

Cihazların Kullanım Amacı

1- Ölçüm Metotlarında kullanılan Cihazlar

Örnek: pH , iletkenlik, viskozite, yoğunluk ölçümü doğrudan ölçüm sonucu raporlanır.

Bu cihazların kalibrasyonu kullanım öncesi CRM ile yapılır ve kontrol edilir.

Ayrıca ölçüm sonucuna ve belirsizliğine etki eden parametre-sıcaklık-ölçümü (kalibrasyonu) yapılır.

Belirsizlik hesabına doğrudan katılanlar
Belirsizlik hesabına dolaylı olarak (hassasiyet katsayısı hesaplarak)
Belirsizlik hesabına katılmayanlar

13

Cihazların Kullanım Amacı

2-Analizde Kullanılan Cihazları

- ✓ Ölçüm cihazları ; belirtilen ölçüm aralığında ve hassasiyetinde olmalı ve mutlaka izlenebilir standartlarla belirlenen periyotlarla kalibre edilmelidir.
- ✓ Sabit şartları sağlayan cihazlar; Prosedürde belirtilen sabit kriterine göre kalibre edilmelidir.
- ✓ Örnek:
- ✓ Gravimetrik analizde örnek tartımı için kullanılan terazi
- ✓ Sabit şartları sağlamak için kullanılan etüv

14

Cihazların Kullanım Amacı

2- Analizlerde kullanılan cihazlar

Sonuç hesaplamada kullanılan ölçümler

- ✓ Kütle, Hacim

Deneysel işlemlerde kullanılan cihazlar

- ✓ Etüv, Su banyosu, Santrifüj, vs.
- ✓ Örnek: Nem tayini, Kül tayini, Askıda Katı madde, tayini
- ✓ Tartım ve hacim ölçümleri sonuç hesaplamada kullanılır.

Belirsizlik hesabına doğrudan katılanlar (tartım ,hacim)

Belirsizlik hesabına dolaylı olarak (hassasiyet katsayısına ile)

Belirsizlik hesabına katılmayanlar (Sıcaklık)

15

Cihazların Kullanım Amacı

3-Test Cihazları

Testte sabit test koşullarını sağlamak amacıyla kullanılan cihazlar testte belirtilen şartları sağlayacak şekilde kontrol-kalibre edilmelidir.

Testte test sonucu ölçüm amacıyla kullanılıyorsa belirtilen ölçüm aralığında ve hassasiyetinde olmalı ve izlenebilir standartlarla kalibre edilmelidir.

Örnek:

- ✓ Dissolüsyon testinde banyo sıcaklığı, devir hızı
- ✓ Mikrobiyolojik testte inkübatör sıcaklığı
- ✓ Çekme testinde çekme mukavemeti ölçümü

16

Enstrümental Analiz Metotları

Analiz İşlemleri:

- ✓ Homojen örnek hazırlama
- ✓ Örnek tartım
- ✓ Uygun çözücüde çözme
- ✓ Belli hacme Tamamlama
- ✓ Analitik cihazda sinyal-derişim kalibrasyonu
- ✓ Sonuç hesaplama



W_0



V_1

17

Cihazların Kullanım Amacı ve Belirsizliğe Katkısı

Tipik Analiz Süreci

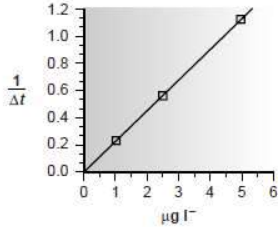
- ✓ Örnek homojen hale getirilir.
- ✓ Yaklaşık 10 g örnek 105 °C sabit tartıma kadar kurutulur.
- ✓ 2 g örnek 0.1 mg hassasiyetle tartılır.
- ✓ 50 ml solvent ilave edilerek ekstraksiyon yapılır. (mezür)
- ✓ 60 °C su banyosunda solvent kuruluğa kadar uçurulur.
- ✓ 5 ml solventle alınır. (Pipet)
- ✓ HPLC cihazında analiz edilir.
- ✓ C18 kolon UV dedektör 254 nm, Akış hızı 1 ml/dak

18

Enstrümental Analiz Metotları

Analiz İşlemleri:

- ✓ Homojen örnek hazırlama
- ✓ Örnek tartım (ölçüm)
- ✓ Uygun çözücüde çözme
- ✓ Belli hacme Tamamlama (ölçüm)
- ✓ Analitik cihazda sinyal-derişim kalibrasyonu (kalibrasyon)
- ✓ Sonuç hesaplama



$$y = ax + b$$

$$C(\text{mg / kg}) = \frac{Cx * V}{W}$$

19

Cihazların Kullanım Amacı ve Belirsizliğe Katkısı

| İşlemin Amacı | Kullanılan Cihaz | Yapılan Ölçüm-İşlem | Belirsizliğe Etkisi |
|------------------------------|-------------------------|----------------------|---------------------|
| Örnek Homojenlik sağlama | Blender, değirmen, elek | Homojenlik | Dolaylı |
| Kurutma | Terazi | Tartım | Yok |
| Kurutma | Etüv | Kurutma | Yok |
| Sabit Tartım Kriteri | | | Doğrudan |
| 2 g örnek tartım | Terazi | Tartım | Doğrudan |
| 50 ml Solventle ekstraksiyon | Mezür | Hacim | Yok |
| Su banyosunda uçurma | Su banyosu | Solvent uzaklaştırma | Yok |
| Ekstraksiyon | | Geri-Kazanım | Sistemik Hata |
| | Pipet | Hacim | Doğrudan |
| HPLC cihazında analiz | | | |
| Enjeksiyon hacmi 20 ul | Mikropipet | Hacim | Dolaylı |
| Dedektör dalga boyu | UV dedektör | Dalga boyu | Dolaylı |
| Pompa akış hızı 1 ml/dak | Pompa sabit akış hızı | akış hızı ml/dak | Dolaylı |
| C18 Kolon performansı | | | Dolaylı |

20

Analitik Cihaz Kalibrasyonu

- ✓ **Cihaz kalibrasyonu:** Ölçüm cihazının fiziksel parametrelerinin kalibrasyonu (örneğin dalga boyu, absorban, akış hızı gibi)
(Direct calibration-*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*)

21

UV Spektrofotometre Dalga Boyu Kalibrasyonu

| | | | | |
|-----------------------|-------------------------|--------------------------|-----------|-------|
| Cihaz | UV Spectrophotometer | | | |
| 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 |

22

Analitik Kalibrasyon ?

- ✓ **Analitik kalibrasyon:** Analiz edilen kimyasal madde konsantrasyonu ile ölçüm cihazından elde edilen sinyal arasındaki bağıntıyı belirleme işlemi

$$X = \frac{Ax}{Ac} * C$$

Ax: Örnek sinyali
Ac: Standart sinyali
C: Standart derişimi-miktarı
X: Örnek derişimi-miktarı

$$k = C/Ac$$

k: Kalibrasyon faktörü

$$X = k * Ax$$

23

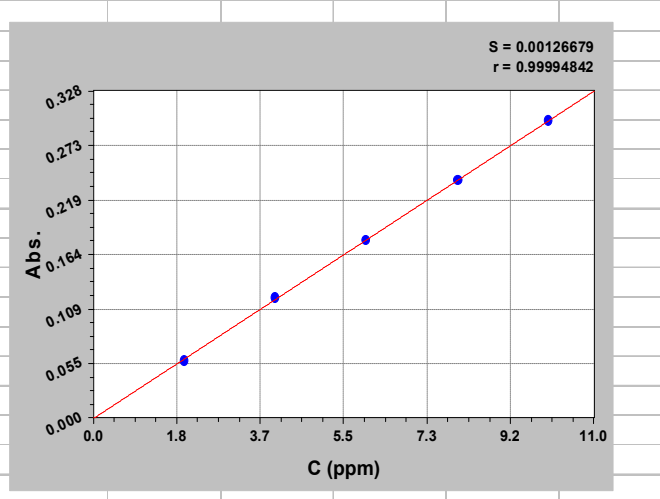
Analitik Kalibrasyon ?

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 |



24

Analitik Performans –Cihaz Performansı

ANALİTİK PERFORMANS

- ✓ Tekrarlanabilirlik
- ✓ Tekrar üretilebilirlik
- ✓ Doğruluk
- ✓ LOD-LOQ

CİHAZ PERFORMANS

- ✓ Tekrarlanabilirlik
- ✓ Tekrar üretilebilirlik
- ✓ Hassasiyet
- ✓ Spesifiklik
- ✓ Lineer Ölçüm Aralığı
- ✓ Kısa ve Uzun dönem kararlılık
- ✓ Düşük gürültü seviyesi

25

Analitik Cihazın İşlevi

- ✓ Analiz amacıyla kullanılan cihazın analitik kalibrasyonu yapıldıktan sonra örnek için verdiği sinyalden miktar hesaplanır.
- ✓ Konsantrasyona karşılık sinyal grafiği çizilir.
- ✓ Analitik kalibrasyon analiz edilen bileşenin konsantrasyonuna karşı verdiği sinyalden belirlenir.

26

Analiz Sonucunun Doğruluğu ve Tekrarlanabilirliği

Sonucun doğruluğu:

- ✓ Cihazın spesifikliğine ve hazırlanan standartların doğruluğuna bağlıdır.

Sonucun Tekrarlanabilirliği:

- ✓ Cihazın tekrarlanabilirliğine (kısa ve uzun süreli)
- ✓ LOD ve LOQ cihazın hassasiyetine ve sinyal kararlılığına bağlıdır.
- ✓ Cihazın kararlılığı hazırlanan kalibrasyon grafiğinin kullanım süresini belirler.

27

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.....*

28

Cihaz Validasyonu-5N+1K

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

29

Analitik Cihazlar

Performans testi yapılması gerekli cihazlar

- ✓ UV SPEKTROFOTOMETRE
- ✓ AAS
- ✓ ICP-OES
- ✓ ICP-MS
- ✓ HPLC
- ✓ GC, GC-MS
- ✓ IC

30

ANALİTİK CİHAZ QUALIFICATION PARAMETRELERİ

- ✓ *Dizayn Qualification (DQ)*
- ✓ *Montaj Qualification (IQ)*
- ✓ *Çalışma Qualification (OQ)*
- ✓ *Performans Qualification (PQ)*

31

Dizayn Qualification (DQ)

- ✓ Cihazın fonksiyonel ve performans özelliklerini belirler
- ✓ (Teknik Özellikler- Teknik Şartname)

Performans Özellikleri

- ✓ Tekralanabilirlik
- ✓ Hassasiyet
- ✓ Dinamik ölçüm aralığı
- ✓ Lineer aralık
- ✓ Kalibrasyon kararlılığı

Fonksiyonel Özellikler

- ✓ Otomasyon
- ✓ Kullanım kolaylığı
- ✓ Servis gereksinimi
- ✓ Operatör gözetimi olmadan çalışabilme

32

OQ-PQ

- ✓ *Çalışma Qualification- Fonksiyonel test (OQ)*
- ✓ Cihazın belirlenen fonksiyonlarının çalışıp çalışmadığını ve belirlenen spesifikasyona uyup uymadığının test edilerek dokümanite edilmesidir.
- ✓ *Performans Qualification –Performans test (PQ)*
- ✓ Cihazın seçilen analiz için belirlenen performansta sonuç verdiğinin test edilerek dokümanite edilmesidir.

33

OQ test sıklığı

OQ test periyodu:

- ✓ Cihazın tipine ve modeline
- ✓ Cihazın kullanım süresine
- ✓ Cihazın kararlılığına
- ✓ Belirlenen OQ koşullarına göre belirlenmelidir.
- ✓ *OQ testi periyodunu belirlerken en önemli kriter , bir sonraki OQ testi yapıldığında cihaz testi büyük olasılıkla geçmelidir.*

34

PQ-OQ Periyotları

- ✓ Normal prosedür olarak OQ ve PQ testleri planlanmış koruyucu bakımdan sonra yapılmalıdır.
- ✓ PQ test periyodu OQ periyoduna göre daha sık olarak yapılmalıdır.
- ✓ Sadece PQ testi yapmak yeterli midir ?
- ✓ OQ daha uzun periyotlarla yapılabilir.
- ✓ PQ ise uygulamaya bağlı spesifik testtir.
- ✓ Bir cihaz OQ testleri istenen performansı sağlayabilir.
- ✓ Buna rağmen spesifik bir test için PQ koşullarını sağlamayabilir.

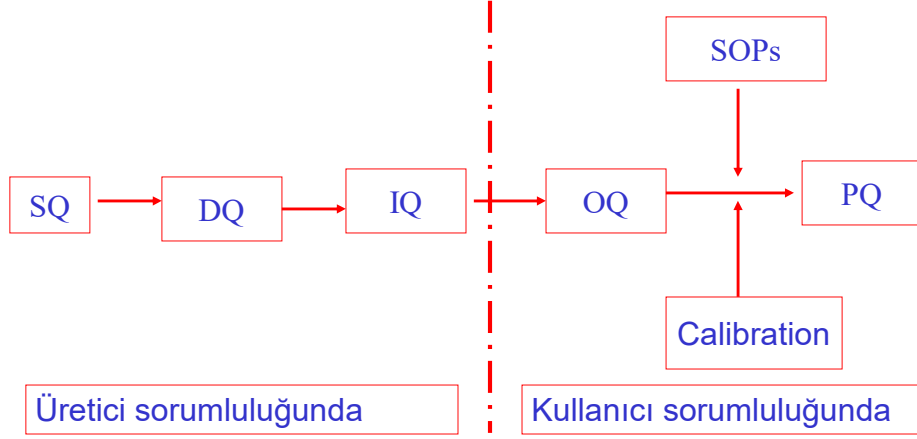
35

Testleri kim yapmalı?

- ✓ Prensip olarak testler yeterli eğitim ve deneyim sahibi kullanıcı tarafından veya firma elemanı tarafından yapılabilir.
- ✓ Bir cihaz ilk defa alındığında IQ,OQ ve PQ testlerinin satıcı firma tarafından yapılması gereklidir.
- ✓ Cihaz kullanım süresince belirlenen koşullarda ve periyotlarda OQ ve PQ testleri kullanıcı tarafından yapılabilir.

36

Validasyon Kualifikasyon Kalibrasyon



37

Spektrofotometre Kalibrasyon

- ✓ Dalga boyu doğruluğu kalibrasyonu
- ✓ Absorbans doğruluğu
- ✓ Rezolüsyon (Bandwidth)
- ✓ Kaçak ışık (Stray Light)
- ✓ Gürültü (Noise)
- ✓ Kayma (Drift)

38

Dalga Boyu Kalibrasyonu Kaynakları

| Mercury Arc Lamp | | | |
|------------------|-----------------|------|-----------------|
| Line | Wavelength , nm | Line | Wavelength , nm |
| 1 | 253.65 | 7 | 404.66 |
| 2 | 296.73 | 8 | 407.78 |
| 3 | 302.15 | 9 | 435.84 |
| 4 | 313.16 | 10 | 546.07 |
| 5 | 334.15 | 11 | 576.96 |
| 6 | 365.01 | 12 | 579.07 |

| Holmium Oxide Glass | | | |
|---------------------|-----------------|------|-----------------|
| Line | Wavelength , nm | Line | Wavelength , nm |
| 1 | 279.4 | 7 | 453.2 |
| 2 | 287.5 | 8 | 460.0 |
| 3 | 333.7 | 9 | 484.5 |
| 4 | 360.9 | 10 | 536.2 |
| 5 | 385.9 | 11 | 637.5 |
| 6 | 418.7 | | |

K₂Cr₂O₇ Solution(NIST SRM3 935a)Absorbans Accuracy 20,40,50,60,70 g/L
235, 257, 313, 345, 350 nm

39

PQ: Performans Kualifikasyonu

- ✓ Dalga boyu kalibrasyonu (doğruluğu ve tekrarlanabilirliği)
- ✓ Absorbans doğruluğu ve tekrarlanabilirliği
- ✓ Absorbans lineerliği
- ✓ Sinyal/gürültü oranı (hassasiyet MDL)
- ✓ Kullanılan kuvvet performansı

40

PQ: Performans Kualifikasyonu

- ✓ Absorbans Lineerliđi: Analiz edilen örnek için kalibrasyon eğrisinin lineer olduđu bölge tayin edilir.
- ✓ Ölçüm hassasiyeti: Ölçülen maddeye göre deđişmektedir. Belirli bir absorbans veren standardın konsantrasyon olarak belirlenir.
- ✓ Sinyal/gürültü oranı: Cihazın hassasiyetini belirleyen parametredir.
- ✓ Belirli konsantrasyonda standart hazırlanarak ortalama absorbansı ölçülür.(A_s) Kır örneklin ortalama absorbansı ölçülür(A_b)

41

PQ: Performans Kualifikasyonu

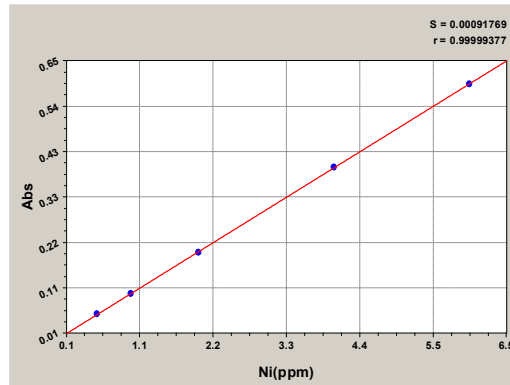
Absorbans Lineerliđi

- ✓ Absorbans Lineerliđi: Analiz edilen örnek için kalibrasyon eğrisinin lineer olduđu bölge tayin edilir.

| Lineer Aralık | |
|---------------|--------|
| Ni(ppm) | Abs(A) |
| 0.50 | 0.050 |
| 1.00 | 0.098 |
| 2.00 | 0.196 |
| 4.00 | 0.395 |
| 6.00 | 0.592 |

| Linear Fit: $y=a+bx$ | |
|----------------------|---------|
| a = | -0.0003 |
| b = | 0.099 |

| | |
|------------|-------------|
| Hassasiyet | 0.098 A/ppm |
|------------|-------------|



42

ICP-MS Performans Parametereler

- ✓ Sensitivity
- ✓ Detection limits
- ✓ Tekrarlanabilirlik
 - ✓ Short-term precision
 - ✓ Long-term stability
- ✓ Detector linear range
- ✓ Oxide and doubly charged species
- ✓ Background signal
- ✓ Mass calibration stability

43

Hassasiyet(Sensitivity)

- ✓ Her element için birim konsantrasyon için elde edilen sinyal (cps) olarak tanımlanır.
- ✓ Mg, In, Ce, Ba, ve U metallerini içeren 1 veya 10 µg/L standart okutulmuş ölçülür.
- ✓ Her element için CPS değerleri cihaz için verilen değerden daha yüksek olmalıdır.
- ✓ Örnek CPS değerleri :

cps/ppb

| | |
|-------------------|----------|
| ²⁴ Mg | > 5 000 |
| ¹¹⁵ In | > 25 000 |
| ²³⁸ U | > 20 000 |

44

IDL (Detection limit)

Blank çözelti ile yapılan okumaların standart sapmasının 3 katı olarak hesaplanır.

| <u>Element</u> | <u>ng/L (ppt)</u> |
|-------------------|-------------------|
| ⁹ Be | < 9 |
| ⁸⁰ Se | < 10 |
| ⁵⁹ Co | < 1.0 |
| ¹¹⁵ In | < 0.5 |
| ²³⁸ U | < 0.5 |

45

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.

46

Flame atomization performance

| 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 |

47

Referanslar

- ✓ The Development and Application of Guidance on Equipment Qualification of Analytical Instruments Peter Bedson and Mike Sargent
- ✓ *Laboratory of the Government Chemist Queens Road, TEDDINGTON, Middlesex, TW11 0LY, United Kingdom*
- ✓ ASTM 131-94, Standard Terminology relating to Molecular Spectroscopy, American Society for Testing and Materials.
- ✓ Equipment Qualification in Practice L. Huber Hewlett- Packard GmbH, Waldbronn February 1998

48


TUBITAK
UME


**KALİBRASYON VE REFERANS MALZEME
SERTİFİKALARININ AMACA UYGUNLUK
YÖNÜ İLE DEĞERLENDİRİLMESİ**

Doç. Dr. Oktay CANKUR

IV. ULAG Sempozyumu
25-27 Nisan 2018

1

Sunum İçeriği



- Ölçümlerde Kalite
- Kalibrasyon ve Referans Malzeme Sertifikalarının Önemi
- Geçerli Kalibrasyon Sertifikaları ve Değerlendirilmesi
- RM - Çeşitleri ve Kullanım Amaçları / Amaca Uygunluğu
- RM Bilgi Formu ve Sertifikaları Gereklilikleri

2

Ölçümlerde Kalite



- **Metot Geçerli Kılma (Method Validation):**
Ölçmem gerekeni doğru olarak ölçebiliyor muyum?
- **Belirsizlik (Uncertainty) :** Ölçtüğüm sonucu ne kadar iyi biliyorum? Ne kadar eminim?
- **İzlenebilirlik (Traceability) :** Sonucumu başka sonuçlarla karşılaştırabilir miyim?
- **Kalite kontrolü (Quality Control):** Ölçüm sonuçlarının geçerli kılma yapıldığı zamandaki ile aynı kalitede olduğunu garantiler.

3

ISO 17025:2017 Sertifika İlişkili



General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (ISO/IEC 17025:2017)

| | | |
|----------|--|----------|
| 6 | Resource requirements | 5 |
| 6.1 | General..... | 5 |
| 6.2 | Personnel..... | 5 |
| 6.3 | Facilities and environmental conditions..... | 5 |
| 6.4 | Equipment..... | 6 |
| 6.5 | Metrological traceability..... | 8 |
| 6.6 | Externally provided products and services..... | 8 |
| 7 | Process requirements | 9 |
| 7.1 | Review of requests, tenders and contracts..... | 9 |
| 7.2 | Selection, verification and validation of methods..... | 10 |
| 7.2.1 | Selection and verification of methods..... | 10 |
| 7.2.2 | Validation of methods..... | 11 |
| 7.3 | Sampling..... | 12 |
| 7.4 | Handling of test or calibration items..... | 12 |
| 7.5 | Technical records..... | 13 |
| 7.6 | Evaluation of measurement uncertainty..... | 13 |
| 7.7 | Ensuring the validity of results..... | 13 |
| 7.8 | Reporting of results..... | 14 |

4

Ölçümlerde İzlenebilirlik



- Fiziksel ölçüm
 - ✓ Çoğunlukla doğrudan karşılaştırma kullanılır
 - ✓ Cihaz kalibrasyonu
 - ✓ Malzemenin yapısına/bileşimine bağlı değildir
- Kimyasal ölçüm
 - ✓ Çoğunlukla doğrudan karşılaştırma kullanılamaz
 - ✓ Örneğin yapısına ve analitin formuna v.b. etkilere bağlıdır
 - ✓ Eş zamanlı analitik kalibrasyon gerektirir
 - ✓ Çoğu zaman birden fazla cihaz / RM kullanımı gerekir

5

İzlenebilirlik



Cihazların uygun şekilde kalibrasyonu ve uygun RM kullanımı ile

2.39 (6.11) kalibrasyon

belirli koşullarda, ilk aşamada ölçüm standartları tarafından sağlanan büyüklük değerleri ve ölçüm belirsizlikleri ile bunlara karşılık gelen gösterge değerleri ve ilgili ölçüm belirsizlikleri arasında bir ilişkinin oluşturulduğu, ikinci aşamada ise bu bilginin ölçüm sonucunun göstergeden elde edilmesinde kullanıldığı işlemler dizisi

Kalibrasyon:

Bir cihazın göstermesi gereken değerler ile gösterdiği değerler arasındaki ilişkiyi tanımlama işlemidir

6

Sertifikaların Önemi



- Cihazların kalibrasyonlarının uygun şekilde yapıldığı (ya da yapılan kalibrasyonun uygunluğu)
- Referans malzemenin uygunluğu

beraberindeki belgenin (analiz sertifikası veya kalibrasyon sertifikası) incelenmesi ile anlaşılır

***Sertifika: Onay belgesi (BSTS)**

7

Sertifikaların Önemi



***Kullanıcı sertifikayı sadece
(akreditasyon için gerekli)
bir belge olarak mı görüyor?***

***Onu inceliyor mu?
Gerektiği gibi kullanıyor mu?***

8

Kalibrasyon Sertifikalarının Önemi



- Cihazların kalibrasyonu, kullanıcının yapacağı ölçüm sonuçlarının izlenebilirliğini sağlar
- Sertifikayı dikkatlice inceleyip değerlendirildikten sonra kullanılıp /kullanılmayacağı yargısına varılabilir

9

Kalibrasyon Sertifikalarının Değerlendirilmesi



- Kalibrasyon sertifikası üzerindeki değerlerin izlenebilirliği sorgulanmalıdır
(ISO 17025 şartlarını sağlayan bir kuruluş tarafından verilmiş olmalıdır)
- Bu değerlerin geçerlilik tarihi göz önünde bulundurulmalıdır

10

Kalibrasyon Sertifikalarının Deęerlendirilmesi



- Kalibrasyon aralıęı ölçüm yapılacak aralıęı kapsamalıdır.
- Kalibrasyon verileri kullanılarak ölçüm belirsizlięi hesaplanacaęından, ölçümde kullanılacak cihazların belirsizlięi ile hedeflenen ölçüm belirsizlięi uyumlu olmalıdır

11

Kalibrasyon Sertifikalarının Deęerlendirilmesi



- Kalibrasyon ortam şartları ile kullanım sırasındaki ortam şartları uyumlu olmalıdır.
Kullanım koşullarının uygun olması durumunda bu bilgiler geęerli olacağı unutulmamalıdır.
- Kullanıcının, laboratuvar şartlarında sonucu etkileyecek etkenlerin ortaya çıkabilme ihtimalini göz önünde bulundurması gerekir.
- Farklı ortam şartlarında düzeltme uygulaması gerekebilir. Bu düzeltmelerin belirsizlik üzerine etkileri ölçülebilir ve varsa bu etkiler dikkate alınmalıdır.

Örnek:

- pH ve hacim ölçümlerinde sıcaklık
- Hassas kütle ölçümlerinde basınç

12

Kalibrasyon Sertifikalarının Deęerlendirilmesi



➤ Kalibrasyon sertifikası olması demek, ölçümün mutlaka doğru yapıldığı anlamına gelmez

-Sertifikada gösterge ve göstermesi gereken deęer arasındaki ilişkiye ek olarak **sistemik hata / sapma** gösterilmelidir

- hata doğrudan verilebilir
- kullanıcı verilen bilgilerden hata deęerini çıkarabilir

➤ Hata, mutlak veya baęılı olarak verilebilir.

➤ Ölçüm sonuçlarındaki bu hata uygun şekilde düzeltilmelidir

13

Kalibrasyon Sertifikası Özellikleri



Nitelikli bir kalibrasyon sertifikasında

- kalibrasyonda kullanılan referans cihaz ile ilgili bilgiler
 - referans cihazın marka/model, seri numarası/izlenebilirlik bilgileri
 - referans standart son kalibrasyon tarihi
 - kalibrasyonun gerçekleştirildiği kuruluş/yetkili onayı
 - kalibrasyon yapıldığı ortam şartları
 - ölçüm belirsizliği ve hesaplanırken kullanılan yöntem/yol (GUM)
- Sertifika üzerinde verilen belirsizliğin ölçülen ile aynı birimde mutlak (veya baęılı) olarak ifade edilmeli ve hangi güven aralığında geçerli olduğu görülebilmelidir
- Kalibrasyonda kullanılacaksa, cihazın (ref) belirsizliği kalibrasyonu yapılacak olandan 1:4 oranında düşük olması tavsiye edilir

14

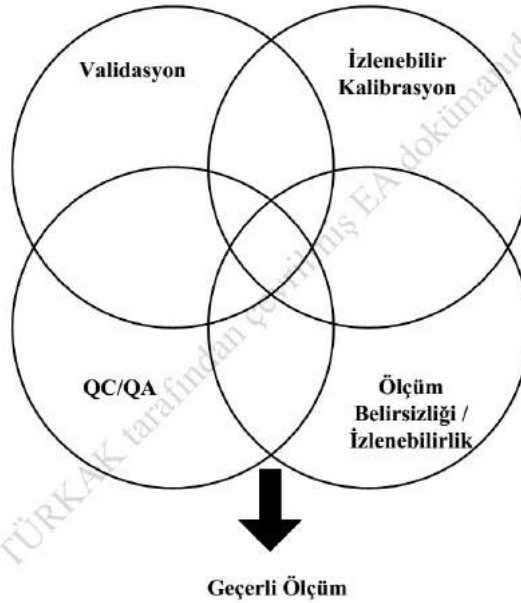
Referans Malzeme Türleri



1. **Saf maddeler** (Saflık ve/veya eser safsızlık olarak nitelendirilen malzemeler)
2. **Standart çözeltiler ve gaz karışımları** (saf maddelerden hazırlanan, kalibrasyon amaçlı malzemeler)
3. **Matriks referans malzemeler**, (Çok, az ya da eser miktarda kimyasal yapıtaşlarının bileşimlerine göre nitelendirilen ve doğal matriks veya sentetik karışımlar)
4. **Fizikokimyasal referans malzemeler**, (Erime noktası, akışmazlık (viskozite) ve optik yoğunluk gibi özelliklere göre nitelendirilen malzemeler)
5. Tat, koku, oktan sayısı, parlama noktası ve sertlik gibi işlevsel özelliklere göre nitelendirilen **referans nesnelere** veya insan yapımı cisimler.

17

Referans Malzemelerin Önemi



18

Referans Malzeme Özellikleri



- RM uygunluğu değerlendirilirken analitik tanımlamaya ve malzemenin analitik özelliklerine bakılmalıdır.
- Karar vermede bakılacak özellikler EA4-14 te verilmiştir (Eurachem Rehberi (EEE-RM-062rev3) açıklanmıştır)

19

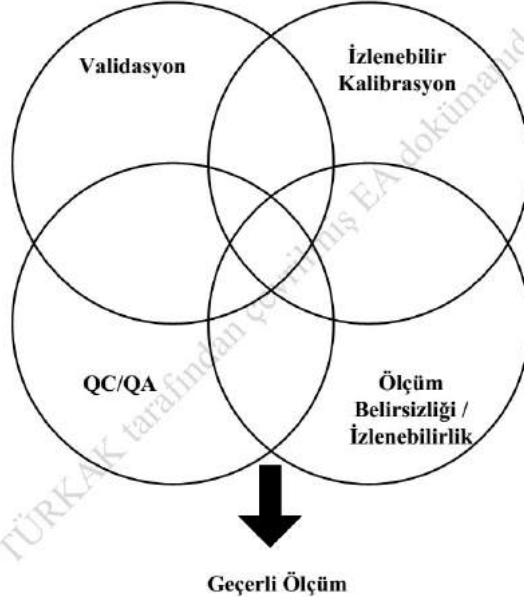
İzlenebilirlik / Belirsizlik



- İzlenebilirlik sağlamada/ gerçekliğin (sapma - bias) belirlenmesinde kullanılan malzemenin özellik değerinin belirsizliği ölçüm neticesinde oluşacak toplam belirsizliğe katkı sağlayacaktır.
- Bu belirsizlik değerinin katkısı toplam (hedeflenen) belirsizliğin 1/3 ünden daha yüksek olmamalıdır. (İdeal duruma yakın)

20

Referans Malzemelerin Önemi

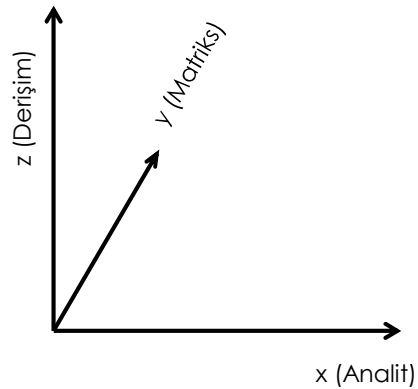


21

Referans Malzeme Seçimi ve Bulunabilirliği



- Genellikle talep arzı aşar
- İstenen özellikleri sağlayan ideal bir RM (matriks RM) bulmak çoğu zaman mümkün değildir.
- Bu nedenden dolayı, gerek kullanıcıların gerekse akreditasyon denetçilerinin bu sıkıntıları anlamaları oldukça önemlidir.



22

Referans Malzeme Uygunluğu



En önemli kalite parametresi

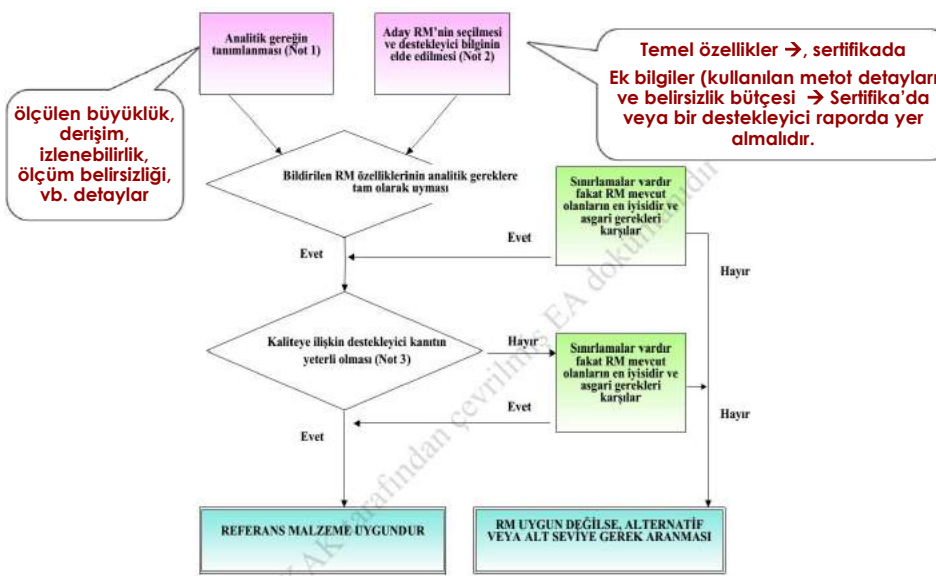
- sertifikalandırılmış değer
- değer üzerindeki belirsizlik
- belirsizlik tahminindeki yaklaşımın güvenilirliğidir

(ISO yaklaşımı ve güven seviyesi)

Kullanıcı, müşteri ve analitik gerekliliklere dayanarak, her RM'nin uygunluğunu amaca uygunluğunu değerlendirmelidir.

23

EA 4-14 RM'lerin Seçimi ve Kullanımı



Referans Malzeme Uygunluđu



1. RM nin uygunluđu analitik tanımlamaya bađlıdır.
Matriks etkileri/derişim aralıđı sertifika deđerinin belirsizliđinden daha önemli olabilir.

Dikkate alınacak faktörler:

- ❖ Analit dahil ölçülen büyüklük
- ❖ Ölçüm aralıđı (derişim seviyesi)
- ❖ Matriks eşleşmesi ve potansiyel girişimler
- ❖ Numune büyüklüğü/miktarı
- ❖ Homojenlik ve kararlılık
- ❖ Ölçüm belirsizliđi
- ❖ Deđer atama prosedürleri (ölçüm ve istatistiksel)

25

Referans Malzeme Uygunluđu



2. Temel prosedürlerin, ISO Guide 35 ve diđer ISO gereklilikleri ile uygunluđunu içeren, 'belgelendirme' ve belirsizlik verilerinin geçerliliđi (GUM ve EURACHEM Rehberleri)

3. Üreticinin - Malzemenin sicili.

Laboratuvarlar arası karşılaştırma

Farklı yöntemlerin kullanılması

Yıllar boyunca birtakım laboratuvarlarda kullanıldıđı durumlarda.

4. ISO Guide 31'e uygun bir sertifika ya da raporun (Bilgi Formu) mevcudiyeti.

5. Referans malzemelerin üretiminin, ISO 17034 (ISO Guide 34) ya da ILAC gereklilikleri gibi kalite standartları ile uygunluđunun, veya özellik deđerlerinin belirlenmesinin ISO/IEC 17025 gerekliliklerinin sağlanarak yerine getirildiđinin gösterilmesi.

26

Ürün Bilgi Formu/RM Sertifika İçeriği



ISO Guide 31

Table 1 — Contents of the product information sheet, or the RM certificate

| Content | Product information sheet | RM certificate | Subclause in this Guide |
|---|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------|
| Title of the document | Mandatory | Mandatory | 5.2.1 |
| Unique identifier of the RM | Mandatory | Mandatory | 5.2.2 |
| Name of the RM | Mandatory | Mandatory | 5.2.3 |
| Name and contact details of the RM producer | Mandatory | Mandatory | 5.2.4 |
| Intended use | Mandatory | Mandatory | 5.2.5 |
| Minimum sample size | Mandatory whenever applicable | Mandatory whenever applicable | 5.2.6 |
| Period of validity | Mandatory | Mandatory | 5.2.7 |
| Commutability | Mandatory whenever applicable | Mandatory whenever applicable | 5.2.8 |
| Storage information | Mandatory | Mandatory | 5.2.9 |
| Instructions for handling and use | Mandatory | Mandatory | 5.2.10 |
| Page number and the total number of pages | Mandatory | Mandatory | 5.2.11 |
| Document version | Mandatory | Mandatory | 5.2.12 |
| Description of the material | Recommended | Mandatory | 5.3.1 |
| Property of interest, property value and associated uncertainty | Optional | Mandatory | 5.3.2 |
| Metrological traceability | Optional | Mandatory | 5.3.3 |
| Measurement methods for method dependent measurands | Recommended | Mandatory whenever applicable | 5.3.4 |
| Name and function of the RM producer's approving officer | Optional | Mandatory | 5.3.5 |
| Measurement methods for method-independent measurands | Recommended | Recommended | 5.4.1 |
| Health and safety information | Recommended | Recommended | 5.4.2 |
| Subcontractors | Optional | Optional | 5.4.3 |
| Indicative values | Optional | Optional | 5.4.4 |
| Legal notice | Optional | Optional | 5.4.5 |
| Reference to a certification report | Optional | Optional | 5.4.6 |

27

Ürün Bilgi Formu/RM Sertifika İçeriği



Başlık (Title):

- "Ürün Bilgi Formu" ya da "Referans Malzeme Sertifikası"
 "Sertifika" olsa dahi "Sertifika" gerekliliklerini sağlayıp sağlamadığını kontrol etmelidir.
 "Ürün Bilgi Formu" yerine "Malzeme bilgi formu" "analiz raporu" bilgi broşürü bunlardan bazılarıdır.
 "RM Sertifikası" yerine "Analiz Sertifikası" veya "Sertifika" kullanılabilir.

Özgün Tanımlayıcı (Unique Identifier)

UME için "UME CRM 1202" "UME CRM 1304"
 NIST SRM 2711a, ERM-AC 110

RM'nin Adı (Name of RM) : Malzemenin adı benzer malzemeden ayırt edici özelliğini de belirtecek şekilde yazılmalıdır

-Nereden alındığı, ne tür olduğu, doğal, kirli gibi
 -Doğal örneklerdeki eser kirlenmeler için matrix yapısı belirtilmelidir (Toplam kanda Cıva)

Name and Contact details of the RM producer

RM üreticisinin adı ve bağlantı bilgileri (Tel, Faks, E-posta)

28

Ürün Bilgi Formu/RM Sertifika İçeriği



Kullanım Amacı (Intended Use)

- RM özellikleri metot veya prosedürden bağımsız → diğer kullanımlar için kısıtlanmamalıdır
 - Kullanım sırasında kullanıcının doğru kararı vermesi için yeterli bilgiyi sağlamalıdır
- Kullanım amacına örnekler

SRM dışındaki RM nin kullanım amacına örnekler

- Bir zaman aralığında laboratuvarında kullanılan ölçümlerin kontrolü
- Cihaz performansının kontrolü
- Tekrarlanabilirlik - tekrar üretilebilirlik çalışmaları
- Bir veya birden fazla laboratuvar sonucunun denkliğinin gösterilmesi
- Kullanıcı değişiminin kontrolü
- Çevre şartlarındaki değişikliğin etkisinin araştırılması

SRM'nin kullanım amacına örnekler

- Bir ölçüm skalasının referans noktasının belirlenmesi
- Ölçüm cihazı veya sisteminin kalibrasyonu
- Metot geçerli kılma çalışmalarında, özellikle de gerçeklik çalışmasında
- Özütleme işlemi içeren çalışmalarda geri kazanım faktörünün belirlenmesi

29

Ürün Bilgi Formu/RM Sertifika İçeriği



Alınacak En Az Örnek Miktarı (Minimum Sample Intake)

RM nin homojenliği ile doğrudan ilişkili olan bu özelliği belirlenmelidir. Sertifikada verilen özellik değeri ve beraberindeki belirsizlik ancak bu miktara uyulduğunda geçerli olduğu belirtilmelidir.

Geçerlilik Süresi (Period of Validity)

Sertifikada verilen değerlerin/sertifikanın geçerlilik süresi/ son kullanım tarihi verilmelidir. Bu süre sonrasında sertifikanın geçerliliğinin biteceği belirtilmelidir.

Değiştirilebilirlik-Yerine geçebilirlik (Commutability)

Benzar malzemelerle beraber farklı metotlar uygulandığında aynı sonucu verebilme özelliği. Bu özelliğin gerekli olduğu durumlarda kullanıcıya bu bilginin verilmesi gerekir ki kullanıcı bu bilgi ışığında farklı bir nitelendirme çalışması yapıp yapmamasına karar verebilsin.

Storage Conditionse

Saklama ve muhafaza koşulları belirtilmelidir.

Instructions for handling and use

Kullanım sırasında uyulması gereken kurallar belirtilmelidir.

30

Ürün Bilgi Formu/RM Sertifika İçeriği



İşlem ve Kullanıma Yönelik Talimat (Instructions for handling and use)

Kullanım sırasında uyulması gereken kurallar belirtilmelidir.

- Kullanım öncesi homojenliğin sağlanması için talimatlar
- Şişe açılırken uyulması gereken kurallar
- Kurutma veya kuru ağırlık düzeltmesi için faktöre belirlenirken izeleneck yöntem
- Gerekliyorsa parçacık boyutunun küçültülmesi için talimat
- Malzeme kullanımdan önce işlem/hazırlık gerektiriyorsa bununla ilgili talimatlar
- Malzemenin özellik değeri kullanım sırasında yeniden hesaplama gerektiriyorsa, bununla ilgili matematiksel işlemler için gerekli bilgiler (Radyoaktivite, kararsız bileşikler vs)

Sayfa Numarası (Page Number)

Belge sayfa sayısı ve toplam sayfa sayısını göstermelidir.

Belge Sürümü/versiyonu (Document Version)

Belge revizyondan geçmişse/geçiyorsa, revizyon numarası ve onay tarihi

31

RM Sertifika İçeriği



Malzemenin Tanımı (Description of the material)

Başlıkta verilen kısa bilgiye ek olarak malzeme hakkında detaylı bilgi verilmelidir.

Bu bilgiler uygun analiz yöntemlerinin seçimi için önemli olabilecek bilgileri içerebilir,

- Kimyasal bileşim
- Matriksin temel yapısı/özellikleri
- Girişim yapabilecek maddelerin varlığı/yokluğu

Malzemenin hazırlığı hakkında bilgi, hangi malzemelerden hazırlandığı, kaynak olarak neler kullanıldı, seviyeler doğal seviye mi yoksa ekleme yapıldı mı?

Ek olarak fiziksel özellikler de verilebilir; malzeme miktarı, parçacık boyutu, boyutlar, malzeme kabı, koruyucuların varlığı verilmelidir. RM nin alternatif şekli varsa bu da belirtilebilir.

İlgilenilen Özellik, Özellik Değeri ve Atfedilen Belirsizlik Değeri (Property of Interest, Property Value and Associated Uncertainty)

İlgilenilen özellik, özellik değeri ve bu değere atfedilen belirsizlik değeri belirtilmeli

Sertifikalandırılan değer, sertifikada verilen diğer değerlerden açık bir şekilde ayır edilemeli

Hesaplanan belirsizlik değerinin GUM dokümanında belirtildiği şekilde rapor edilmelidir.

32

RM Sertifika İçeriği



Metrolojik İzlenebilirlik (Metrological Traceability)

Sertifika mutlaka izlenebilirlik ifadesi içermelidir ve hangi ölçüm skalasına izlenebilir olduğu açıkça belirtilmelidir. Karakterizasyonda kullanılan ölçüm prosedürlerinin prensiplerini de içermelidir.

Kısacası ölçülenin özellikleri ve hangi ölçüm skalasına izlenebilir olduğu açıkça belirtilmelidir.

Measurement methods for method dependent measurands

Ölçüm metoduna bağlı olarak verilen sertifika değeri varsa mutlaka metot hakkında bilgi verilmelidir. Metodun tüm detayları veya varsa ilgili yayın referans olarak verilmelidir.

Nitel özelliklerin tanımlanmasında da aynısı geçerlidir.

Name and function of the RM producer's approving officer

RM sertifikasının sorumluluğunu alan bir görevlini adı, kurumdaki görevi ve sorumluluğu üstlendiğinin beyanı olması lazım. Bu isim organizasyon da olabilir.

33

Faydalı Olabilecek Ek Bilgiler



Metottan Bağımsız Ölçülenler için Ölçüm Metotları (Measurement methods for method-independent Measurands)

Sağlık ve Güvenlik Bilgisi (Health and Safety Information)

Taahhütçüler (Subcontractors)

Gösterge Niteliğinde Değerler (Indicative values)

Yasal Bildiri (Legal Notice)

Reference to a certification report

34

| Örnek Sertifika – UME CRM 1202 | | TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ NATIONAL METROLOGY INSTITUTE | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|--------------------------------------|----------------------------------|--------------------------------------|----------------------------------|-------------------|------------|--|-------------------|--------------------------|---|-------------------|--------------------------|-------------------|---------------------------|-----|----|-------------------|------|-----|--|--|--|-------------------|------|-----|--|--|--|-------------------|------|-----|--|--|--|-------------------|------|-----|--|--|--|-------------------|------|------|--|--|--|--------------------|------|------|--|--|--|--------------------|------|-----|--|--|--|--|--|
| <p>Referans Malzeme Sertifikası Certificate of the Reference Material</p> <p>Page: 1/4</p> | | <p>Page 2/4</p> <p>UME CRM 1202</p> | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| <p>Informative Values:</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Parameter^[1]</th> <th>Value and Uncertainty, mg/kg^[2]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Ba</td> <td>5.8 ± 0.3</td> </tr> <tr> <td>K</td> <td>5890 ± 550</td> </tr> <tr> <td>P</td> <td>3240 ± 890</td> </tr> </tbody> </table> <p>[1] Value has been assigned by using ICP-MS method. [2] The expanded uncertainty of the informative value has contribution from characterization, homogeneity, stability and is stated as the standard uncertainty of measurement multiplied by the coverage factor $k = 2$, which for a normal distribution corresponds to a coverage probability of approximately 95 %. The standard uncertainty of measurement has been determined in accordance with GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement".</p> | | Parameter ^[1] | Value and Uncertainty, mg/kg ^[2] | Ba | 5.8 ± 0.3 | K | 5890 ± 550 | P | 3240 ± 890 | <table border="1"> <thead> <tr> <th>Parameter^[1]</th> <th>Value and Uncertainty, w/w (%)^[2]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Moisture Content</td> <td>1.4^[3] ± 0.2</td> </tr> <tr> <td>Total Fat Content</td> <td>68.0^[4] ± 1.0</td> </tr> </tbody> </table> <p>[1] Unweighted mean value is calculated by using the means of 10 accepted sets of data produced by different laboratories. [2] The expanded uncertainty of the informative value has contribution from characterization, homogeneity, stability and is stated as the standard uncertainty of measurement multiplied by the coverage factor $k = 2$, which for a normal distribution corresponds to a coverage probability of approximately 95 %. The standard uncertainty of measurement has been determined in accordance with GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement". [3] Moisture content is determined at 102.0 ± 0.2 °C and constant weight. [4] Analyzed value for total fat content is corrected for dry mass.</p> | | Parameter ^[1] | Value and Uncertainty, w/w (%) ^[2] | Moisture Content | 1.4 ^[3] ± 0.2 | Total Fat Content | 68.0 ^[4] ± 1.0 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Parameter ^[1] | Value and Uncertainty, mg/kg ^[2] | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Ba | 5.8 ± 0.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| K | 5890 ± 550 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| P | 3240 ± 890 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Parameter ^[1] | Value and Uncertainty, w/w (%) ^[2] | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Moisture Content | 1.4 ^[3] ± 0.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Total Fat Content | 68.0 ^[4] ± 1.0 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| <p>Certified Values</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Element</th> <th>Certified Value, mg/kg^[1]</th> <th>Uncertainty, mg/kg^[2]</th> <th>Element</th> <th>Certified Value, µg/g^[1]</th> <th>Uncertainty, µg/g^[2]</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Al^[3]</td> <td>16.8</td> <td>2.2</td> <td>Ca^[4]</td> <td>6.4</td> <td>0.9</td> </tr> <tr> <td>Ca^[4]</td> <td>1590</td> <td>110</td> <td>Cu^[5]</td> <td>278</td> <td>28</td> </tr> <tr> <td>Cl^[6]</td> <td>16.4</td> <td>1.0</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Fe^[7]</td> <td>36.1</td> <td>3.9</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Mg^[8]</td> <td>1540</td> <td>190</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Mn^[9]</td> <td>95.3</td> <td>8.3</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>N^[10]</td> <td>1.80</td> <td>0.17</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Si^[11]</td> <td>6.68</td> <td>0.46</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Zn^[12]</td> <td>30.4</td> <td>1.8</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p>[1] The certified values and the uncertainties are rounded to the International System of Units (SI). [2] The expanded uncertainty of the certified value has contribution from characterization, homogeneity, stability and is stated as the standard uncertainty of measurement multiplied by the coverage factor $k = 2$, which for a normal distribution corresponds to a coverage probability of approximately 95 %. The standard uncertainty of measurement has been determined in accordance with GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement". [3] Certified value has been assigned based on the results produced by using totally independent ICP-MS and ID-CP-MS methods applied to a single laboratory. [4] Certified value has been assigned based on the results produced by using totally independent WGAAS and FAAS methods applied to a single laboratory. [5] Certified value has been assigned based on the results produced by using totally independent ICP-MS and CP-MS methods applied to a single laboratory. [6] Certified value has been assigned by using ID-CP-MS method.</p> | | Element | Certified Value, mg/kg ^[1] | Uncertainty, mg/kg ^[2] | Element | Certified Value, µg/g ^[1] | Uncertainty, µg/g ^[2] | Al ^[3] | 16.8 | 2.2 | Ca ^[4] | 6.4 | 0.9 | Ca ^[4] | 1590 | 110 | Cu ^[5] | 278 | 28 | Cl ^[6] | 16.4 | 1.0 | | | | Fe ^[7] | 36.1 | 3.9 | | | | Mg ^[8] | 1540 | 190 | | | | Mn ^[9] | 95.3 | 8.3 | | | | N ^[10] | 1.80 | 0.17 | | | | Si ^[11] | 6.68 | 0.46 | | | | Zn ^[12] | 30.4 | 1.8 | | | | <p>Description</p> <p>The material is in amber glass containing about 45 g hazelnut. Additional information is given in the Certification Report.</p> <p>Intended Use</p> <p>This material is intended to be used for method validation of the determination of element mass fractions and total fat content in hazelnut and quality control purposes.</p> <p>Instructions for Use</p> <p>The bottle must be shaken for one minute before opening for assurance of homogeneity. All precautions must be taken in order to prevent degradation or contamination with air/insect.</p> <p>Minimum sample intake is: 1 g for all elements (5 g if intended to be used for fat and moisture content analysis).</p> <p>Storage Conditions</p> <p>The material must be stored at (18 ± 2) °C under dark conditions. It is recommended to store the material at 4 °C once the bottle is opened. TÜBİTAK UME cannot be held responsible for changes that happened during storage of the material at customer's premises, especially of opened samples.</p> | |
| Element | Certified Value, mg/kg ^[1] | Uncertainty, mg/kg ^[2] | Element | Certified Value, µg/g ^[1] | Uncertainty, µg/g ^[2] | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Al ^[3] | 16.8 | 2.2 | Ca ^[4] | 6.4 | 0.9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Ca ^[4] | 1590 | 110 | Cu ^[5] | 278 | 28 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Cl ^[6] | 16.4 | 1.0 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Fe ^[7] | 36.1 | 3.9 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Mg ^[8] | 1540 | 190 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Mn ^[9] | 95.3 | 8.3 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| N ^[10] | 1.80 | 0.17 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Si ^[11] | 6.68 | 0.46 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Zn ^[12] | 30.4 | 1.8 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| <p>Sales Date</p> <p>Dr. Mustafa CELENTAS Director</p> | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

| Referans Malzeme Kullanımı | | TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ NATIONAL METROLOGY INSTITUTE | |
|---|--|---|----|
|  | | <p>Ölçümlerde SRM/RM kullanılmalı!!!</p> | |
| <p>Uygun SRM/RM Uygun biçimde kullanılmalı!!!</p> | | | |
| 36 | | | 36 |

Güvenilir ve Geçerli Ölçüm İçin



- RM kullanımı veya kalibrasyonu yapılmış cihaz kullanımı, ölçüm sonucunun doğruluğunu garanti altına almaz.
- Sertifikalara sadece akreditasyon için gerekli bir belge olarak bakılmamalı, üzerindeki bilgiler kullanılmalıdır,
- İlgili standart ve kılavuz gerekliliklerinin doğru ve uygun şekilde yerine getirildiğinden emin olunmalıdır
- Ölçüm sırasında sağlanması gereken diğer şartlar varsa bunlar da yerine getirilmelidir.

37

**TRUE
MEASUREMENT
EXCELLENCE**

Teşekkür ederim

38



TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ

| |
|------------------|
| TÜB TAK |
| UME G2KU-0016 |
| 03-17 |

Kalibrasyon Sertifikası Calibration Certificate

| | | |
|--|---|---|
| Cihazın Sahibi / Adresi Customer / Address | : | TÜB TAK UME NORGAN K K MYA LABORATUVARI TÜB TAK Gebze Yerle kesi 41470 Gebze - KOCAEL |
| stek Numarası Order No | : | 2017.00525 |
| Makine / Cihaz Instrument / Device | : | Terazi Weighing Instrument |
| malatçı Manufacturer | : | Mettler |
| Tip Type | : | AX205 |
| Seri Numarası Serial Number | : | 1122291604 |
| Kalibrasyon Tarihi Date of Calibration | : | 13.03.2017 |
| Sayfa Sayısı Number of Pages | : | 4 |

Bu kalibrasyon sertifikası, Uluslararası Birimler Sistemi'nde (SI) tanımlanmış birimleri gerçekleştiren ulusal ölçüm standartlarına izlenebilirliği belgeler. TÜB TAK UME, CIPM nezdinde Karşılıklı Tanıma Düzenlemesi'ne (MRA) taraf bir kuruluştur.
This calibration certificate documents traceability to national standards, which realize units of measurement according to the International System of Units (SI). TÜB TAK UME is a signatory of the CIPM Mutual Recognition Arrangement (MRA).

Ölçüm sonuçları, genişletilmiş ölçüm belirsizlikleri ve kalibrasyon metodları bu sertifikanın tamamlayıcı kısmı olan takip eden sayfalarda verilmiştir.
Measurement results, expanded measurement uncertainties and calibration methods are given on the following pages, which are part of this certificate.

24.04.2018

Tarih
Date

Dr. Mustafa ÇET NTA

Enstitü Müdürü
Director

Bu sertifika, TÜB TAK UME'nin yazılı izni olmadan kısmen kopyalanıp çoğaltılamaz. mzasız ve mühürsüz sertifikalar geçersizdir.
This certificate shall not be reproduced other than in full except with the permission of TÜB TAK UME. Calibration certificates without signature and seal are not valid.

| | | |
|---------------------|---|------------------|
| Sayfa 2 / 4 Page | TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ NATIONAL METROLOGY INSTITUTE | TÜB TAK |
| | | UME G2KU-0016 |
| | | 03-17 |

Makine / Cihaz

Instrument / Device

Terazi Modeli : AX205
Üretici Firma : Mettler Toledo
Maksimum Kapasite(Max) : 220 g
Okunabilirlik (d) : 0,01 mg

Kalibrasyonun Yapıldığı Yeri

Location

D1B.05a Örnek Hazırlama Laboratuvarı

Cihazın Laboratuvara Kabul Tarihi

Date of Receipt of the Device

-

Kalibrasyonda Kullanılan Referans Cihaz(lar)

Reference(s) Used in Calibration

| No | Cihaz Adı | Üretici Firma | Tip / Model | Seri No | Ölçümlerin Yapıldığı Tarih |
|----|---------------------------|---------------|-------------|---------|-------------------------------|
| 1 | 1 mg - 10 kg ağırlık seti | Hafner | E2 | 008 | UME, G2KU-0070, 26.08.2015 |

Kalibrasyon Yöntemi ve Prosedürü

Calibration Method and Procedure

Terazi Kalibrasyonu, TLM-05-G2KU-04-02 "Terazi Kalibrasyonu Talimatı"na göre gerçekleştirilmiştir. Talimat doğrultusunda referans ağırlıklar ile tekrarlanabilirlik, merkez dengesizlik yüklemesi ve gösterge hatasının belirlenmesine yönelik ölçümler yapılmıştır.

Çevre Şartları

Environmental Conditions

Sıcaklık : (22,5 ± 0,2) °C

Bu sertifika, TÜB TAK UME'nin yazılı izni olmadan kısmen kopyalanıp çoğaltılamaz. İmzasız ve mühürlü sertifikalar geçersizdir.
This certificate shall not be reproduced other than in full except with the permission of TÜB TAK UME. Calibration certificates without signature and seal are not valid.

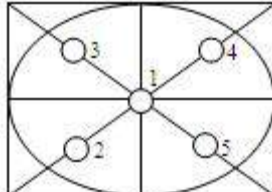
Kalibrasyon Sonuçları

Calibration Results

Kalibrasyon işlemi sırasında takip edilen terazi kalibrasyon talimatına göre aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

| Tekrarlanabilirlik | |
|---|------------------------|
| Uygulanan Yük, L [g] 0,5 Maks. L Maks. | Gösterge Değeri, I [g] |
| 200 | 200,00000 |
| | 200,00002 |
| | 200,00002 |
| | 200,00002 |
| | 200,00002 |
| | 200,00001 |

| Gösterge Hatası | | |
|------------------|-------|------------------------|
| Uygulanan Yük, L | L [g] | Gösterge Değeri, I [g] |
| Min. | 0,002 | 0,00201 |
| % 25 x Maks. | 50 | 50,00004 |
| % 50 x Maks. | 100 | 100,00006 |
| % 75 x Maks. | 150 | 150,00013 |
| Maks. | 220 | 220,00007 |

| Merkez Dışı Yükleme Hatası | | |
|-------------------------------------|------------------------|--|
| Uygulanan Yük, L [g] L Maks. / 3 | Gösterge Değeri, I [g] | Konum |
| 100 | 100,00006 |  |
| | 100,00005 | |
| | 100,00002 | |
| | 100,00002 | |
| | 99,99997 | |

Bu sertifika, TÜB TAK UME'nin yazılı izni olmadan kısmen kopyalanıp çoğaltılamaz. İmzasız ve mühürsüz sertifikalar geçersizdir.
This certificate shall not be reproduced other than in full except with the permission of TÜB TAK UME. Calibration certificates without signature and seal are not valid.

Ölçüm Belirsizli i

Measurement Uncertainty

| Uygulanan Yük, L [g] | Gösterge Hatası [g] | Belirsizlik [g] |
|-------------------------|------------------------|--------------------|
| 0,002 | 0,00001 | 0,000013 |
| 50 | 0,00004 | 0,000128 |
| 100 | 0,00006 | 0,000207 |
| 150 | 0,00013 | 0,000335 |
| 220 | 0,00007 | 0,000489 |

Gösterge Hatası, GH(L): Belirtilen yüklerin dı nda terazide ölçülen her bir yük (L) için a a ıda verilen ba ntıyla gösterge hatası belirlenir.

$$GH(L) = 5,1 \times 10^{-7} \times L$$

Belirsizlik, U(L): Belirtilen yüklerin dı nda terazide ölçülen her bir yük (L) için, a a ıda verilen ba ntıyla belirsizlik de eri belirlenir.

$$U(L) = 0,000011 \text{ g} + 2,2 \times 10^{-6} \times L$$

Beyan edilen geni letilmi ölçüm belirsizli i, standart ölçüm belirsizli inin normal da ılım için yakla ık % 95 güvenilirlik seviyesini sa layan $k = 2$ kapsam faktörü ile çarpımının sonucudur. Standart ölçüm belirsizli i GUM ve EA-4/02 dokümanlarına uygun olarak belirlenmi tir.

Görü ler, Açıklamalar ve Uygunluk Beyanı

Comments, Remarks and Statement of Compliance

Kalibrasyon sonuçları sadece kalibrasyonu yapılan 1122291604 seri numaralı AX205 terazisine aittir. Cihazın performansı için gerekli çevre artlarında kullanımından ve uygun aralıklarla kalibre edilmesinin sa lanmasından kullanıcı sorumludur.

| Kalibrasyonu Yapan(lar) * Performed By | Laboratuvar Sorumlusu * Head of the Laboratory |
|---|---|
| Lenara KANGI | Sevda KAÇMAZ |

* Elektronik olarak onaylanmı tır.
Approved electronically.

Referans Malzeme Sertifikası
Certificate of the Reference Material

Name of the Material : Elements in Hazelnut Certified Reference Material

Material Code : UME CRM 1202

Issue Date : 31/08/2016

Last Revision Date : 26/09/2016 (Revision history can be found on the last page)

Validity Period of the Certificate : 18 months from the sales date

Certified Values :

| Element | Certified Value, mg/kg ^[1] | Uncertainty mg/kg ^[1,2] | Element | Certified Value, µg/kg ^[1] | Uncertainty µg/kg ^[1,2] |
|-------------------|---------------------------------------|------------------------------------|-------------------|---------------------------------------|------------------------------------|
| B ^[3] | 16.8 | 2.2 | Cd ^[6] | 6.4 | 0.9 |
| Ca ^[4] | 1550 | 110 | Co ^[5] | 278 | 28 |
| Cu ^[3] | 16.4 | 1.0 | | | |
| Fe ^[3] | 36.1 | 2.9 | | | |
| Mg ^[4] | 1540 | 150 | | | |
| Mn ^[5] | 95.3 | 6.3 | | | |
| Ni ^[5] | 1.60 | 0.17 | | | |
| Sr ^[5] | 6.68 | 0.46 | | | |
| Zn ^[3] | 20.4 | 1.8 | | | |

[1] The certified values and the uncertainties are traceable to the International System of Units (SI).

[2] The expanded uncertainty of the certified value has contribution from characterisation, homogeneity, stability and is stated as the standard uncertainty of measurement multiplied by the coverage factor $k = 2$, which for a normal distribution corresponds to a coverage probability of approximately 95 %. The standard uncertainty of measurement has been determined in accordance with GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement".

[3] Certified value has been assigned based on the results produced by using totally independent HR-ICP-MS and ID-ICP-MS methods applied by a single laboratory.

[4] Certified value has been assigned based on the results produced by using totally independent HR-ICP-MS and FAAS methods applied by a single laboratory.

[5] Certified value has been assigned based on the results produced by using totally independent HR-ICP-MS and GF-AAS methods applied by a single laboratory.

[6] Certified value has been assigned by using ID-ICP-MS method.

Sales Date



Dr. Mustafa ÇETİNTAŞ
Director

The following pages are an integral part of the certificate. The use of current certificate is customers' responsibility.
Current certificate can be downloaded from www.ume.tubitak.gov.tr

Informative Values:

| Parameter ^[1] | Value and Uncertainty, mg/kg ^[2] |
|--------------------------|---|
| Ba | 5.8 ± 0.3 |
| K | 5890 ± 550 |
| P | 3240 ± 890 |

[1] Value has been assigned by using HR-ICP-MS method.

[2] The expanded uncertainty of the informative value has contribution from characterisation, homogeneity, stability and is stated as the standard uncertainty of measurement multiplied by the coverage factor $k = 2$, which for a normal distribution corresponds to a coverage probability of approximately 95 %. The standard uncertainty of measurement has been determined in accordance with GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement".

| Parameter ^[1] | Value and Uncertainty, w/w (%) ^[2] |
|--------------------------|---|
| Moisture Content | 1.4 ^[3] ± 0.2 |
| Total Fat Content | 68.6 ^[4] ± 1.0 |

[1] Unweighted mean value is calculated by using the means of 10 accepted sets of data produced by different laboratories.

[2] The expanded uncertainty of the informative value has contribution from characterisation and is stated as the standard uncertainty of measurement multiplied by the coverage factor $k = 2$, which for a normal distribution corresponds to a coverage probability of approximately 95 %. The standard uncertainty of measurement has been determined in accordance with GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement".

[3] Moisture content is determined at (103±2) °C until constant weight.

[4] Assigned value for total fat content is corrected for dry mass.

Description

The material is in amber glass containing about 45 g hazelnut. Additional information is given in the Certification Report.

Intended Use

This material is intended to be used for method validation of the determination of element mass fractions and total fat content in hazelnut and quality control purposes.

Instructions for Use

The bottle must be shaken for one minute before opening for assurance of homogeneity. All precautions must be taken in order to prevent degradation or contamination with air intact.

Minimum sample intake is 1 g for all elements (5 g if intended to be used for fat and moisture content analysis).

Storage Conditions

The material must be stored at (18 ± 2) °C under dark conditions. It is recommended to store the material at 4 °C once the bottle is opened.

TÜBİTAK UME cannot be held responsible for changes that happened during storage of the material at customer's premises, especially of opened samples.

Safety Information

Material is produced for laboratory use only. Usual laboratory precautions apply. It is strongly recommended that the material must be handled and disposed according to the safety guidelines where applicable.

Participants

Information about the laboratory participated in the characterization of elements study is given in the following table.

| Laboratory | Address |
|-------------|---|
| TÜBİTAK UME | TÜBİTAK Gebze Yerleşkesi, Barış Mahallesi, Dr. Zeki Acar Cad. No.1, 41470 Gebze-Kocaeli/TURKEY |

Information about the laboratories participated in the characterization of total fat and moisture content study is given in the following table.

| Laboratory | Address |
|---|---|
| İNTERTEK | Merkez Mahallesi Sanayi Cad. No.23 Altındağ Plaza 34197 Yenibosna, İstanbul / TURKEY |
| Gözlem Gıda Kontrol ve Araştırma Laboratuvarı | Kozyatağı, Bayar Cad. No:78, 34736 Kadıköy, İstanbul / TURKEY |
| TÜBİTAK MAM / GE | TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi Gıda Enstitüsü Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. No:1 P.K. 21, 41470 Gebze-Kocaeli / TURKEY |
| TÜBİTAK BUTAL | TÜBİTAK BUTAL Gaziakdemir Mah. Merinos Cad. No: 11 16190 Osmangazi, Bursa / TURKEY |
| BİLİM Sağlık ve Lab. Hiz. Tic. | Şehremini Mh. Kızılelma Cd. No: 6 Kat: 1-6 (Denizbank üstü) Fındıkzade, 34104 Fatih, İstanbul / TURKEY |
| DEPPO Özel Kontrol Laboratuvarı | Gıda Laboratuvarı Üniversite Cad. No:71/B Ağaçalıyol, 35100 Bornova, İzmir / TURKEY |
| Çevre Gıda Analiz Laboratuvarı | Merkez Mah. Tatlıpınar Sok. Mart Plaza No:13 K:1-2, 34400 Kağıthane, İstanbul / TURKEY |
| Bursa Gıda ve Yem Kontrol Merkez Araştırma Enstitüsü Müdürlüğü | Hürriyet Caddesi, No: 126, 16036, Osmangazi, Bursa / TURKEY |
| GIDA, TARIM VE HAYVANCILIK BAKANLIĞI Ordu Gıda Kontrol Laboratuvar Müdürlüğü Döner Sermaye İşletmesi | Akyazı Mahallesi Kanuni Sultan Süleyman Cad. No:24/1, 52200 Altınordu, Ordu / TURKEY |
| TÜBİTAK UME | TÜBİTAK Gebze Yerleşkesi, Barış Mahallesi, Dr. Zeki Acar Cad. No.1, 41470 Gebze-Kocaeli/TURKEY |

Techniques Used for the Determination of the Certified Values

The methods used in characterization is given in the following table.

| Method | Parameter |
|---|---------------------------------------|
| Graphite Furnance Atomic Absorption Spectrometry(GF-AAS) | Co, Mn, Ni, Sr |
| Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS) | Ca, Mg |
| High Resolution Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (HR-ICP-MS) | B, Ca, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Sr, Zn |
| Isotope Dilution Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ID-ICP-MS) | B, Cd, Cu, Fe, Zn |

Revision History

| Date | Explanation |
|------------|---|
| 31.08.2016 | First Issue. |
| 26.09.2016 | Mg is added to HR-ICP-MS method which was used in the characterisation. |



4. ULUSAL LABORATUVAR
AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ
SEMPOZYUMU VE SERGİSİ
25-27 NİSAN 2018



METOT VALİDASYONU
(5N+1K)

İbrahim AKDAĞ

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

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

1

Sunum İçeriği

- *Metot Validasyonu ve önemi*
- *Kavramlar ve tanımlar*
- *Metot Validasyonu (5N+1K)*
- *Metot türleri*
- *Metot Validasyonu Parametreleri*
- *Tekrar Validasyon Gereksinimleri*

2

Ölçme, Kalibrasyon Test, Analiz

- ✓ **Ölçme:** Bir büyüklüğün değerinin bulunmasına yönelik işlemler dizisidir.
- ✓ **Analiz :** Verilen bir maddeyi veya malzemeyi oluşturan yapı taşlarını bulmak için yapılan işlemler dizisidir. (Kalitatif ve kantitatif analiz olarak iki gruba ayrılır)
- ✓ **Test :** Bir ürün , cihazın veya prosesin bir veya birden fazla özelliğini belirlemek için belli bir prosedüre göre yapılan teknik işlemlerdir. Test sonuçları ölçme ve analizle veya görsel olarak değerlendirilerek raporlanır. (Örneğin çekme testi, sıcaklığa dayanım testi, çözünme testi, stabilite testi)
- ✓ **Kalibrasyon:** Belli koşullarda bir ölçüm cihazının gösterdiği değer ile referansın gösterdiği değer arasındaki ilişkiyi belirlemek için yapılan işlemlerdir.

3

Güvenilir sonuç elde edilmesi süreci

5.4. Test ve Analiz Metotları

- ✓ Metotların Seçimi
- ✓ Metot validasyonunun planlanması
- ✓ Validasyon çalışmalarının yapılması
- ✓ Validasyon sonuçlarının hesaplanması ve raporlanması
- ✓ Validasyon raporunun değerlendirilip onaylanması
- ✓ Metodun rutin kullanımı sırasında kontrol altında tutulması (KK)
- ✓ Raporlanan sonucun belirsizliğinin hesaplanması
- ✓ Sonuçlarının doğru ve anlamlı raporlanması

4

Metot Validasyonu 5N+1K

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



5

Laboratuvar Akreditasyonu Teknik Koşulların Sağlanması ve Bilimsellik

- ✓ Akreditasyonun istenen kaliteyi sağlanması için teknik koşulların *bilimsel yöntemle* yerine getirilmesi gereklidir..
- ✓ Bilimsel yöntemlerin uygulanması *insan faktörüne bağlıdır.*
- ✓ Akreditasyon yeterli bilgi ve deneyim sahibi kişilerce uygulandığında istenen kalite artışını sağlar.
- ✓ Konunun tarafları kişiler:
 - Laboratuvar Personeli
 - Eğitim ve Danışmanlık verenler
 - TÜRKAK Denetçisi(Etkili iletişim ve bilgi paylaşımı !!)

6

Metroloji-Meteoroloji

Metroloji

- ✓ Ölçme
- ✓ Kalibrasyon
- ✓ Analiz
- ✓ Test
- ✓ Referans standart, CRM
- ✓ Metrolojik İzlenebilirlik
- ✓ İstatistik
- ✓ Belirsizlik

Meteoroloji

- ✓ Ortam Şartları,
- ✓ Sıcaklık
- ✓ Nem
- ✓ Yağmur, Kar, Bulut
- ✓ Rüzgâr, toz
- ✓ Denetçi

7

Güvenilir sonuç için !!

- ✓ Ölçme, kalibrasyon, analiz ve testin bilimsel temellerinin anlaşılması
 - ✓ Yeterli İstatistik Bilgisi
 - ✓ Yeterli Metroloji bilgisi
- ✓ Her biri için performansa dayalı yeterli deneyim

8

VAM-GEÇERLİ ÖLÇÜM İÇİN !!

| | |
|--|---|
| 1- ÖLÇÜM İHTİYACININ VE AMACININ BELİRLENMESİ TANIMLANMASI | |
| 2- ÖLÇÜM ANALİZ METODUNUN BELİRLENMESİ | Müşteri ihtiyacına uygun Metot Standart Metot |
| 3-ÖLÇÜM KOŞULLARININ BELİRLENMESİ (ÖRNEK ALMA) | |
| 4- ÖLÇÜMÜN ANALİZİN YAPILMASI | Ölçümün Bilimsel Prensiplerinin anlaşılması, Metot Validasyonu İstatistik Bilgisi |
| 5-SONUÇLARIN HESAPLANMASI VE RAPORLANMASI (BELİRSİZLİK) | İstatistik Bilgisi, Metroloji Bilgisi |
| 6-SONUÇLARIN YORUMLANMASI, DEĞERLENDİRİLMESİ, KARŞILAŞTIRILMASI | İstatistik Bilgisi |
| 7-SONUÇLARIN KARAR VERMEDE KULLANILMASI | İstatistik Bilgisi |
| 8-ÖLÇÜM KALİTESİNİN SÜREKLİLİĞİNİN KONTROLÜ | İstatistik Bilgisi |
| 8A-İÇ KALİTE KONTROL | |
| 8B-DIŞ KALİTE KONTROL | |

9

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.

10

Metot Validasyonu-Ne zaman?

- ✓ Herhangi bir metot bir laboratuvarında ilk defa uygulanacağı zaman
- ✓ Kullanılmakta olan metotta değişiklik yapıldığı zaman (değişiklik kapsamında)
- ✓ Valide edilmiş bir metot başka bir laboratuvarında 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

11

Metot Validasyonu-Nasıl ? (Validasyon Planı)

- ✓ Validasyon parametrelerinin ve kapsamının belirlenmesi
- ✓ Metot validasyon strateji planı yapılması
- ✓ Validasyon deneylerinin yapılması
- ✓ Validasyon raporunun hazırlanması
- ✓ Sonuçların uygun ve yeterliliğinin kontrolü (Onay)
- ✓ Kalite kontrol (istatistiksel kalite kontrol)

12

Metot Validasyonu Kim ?

- ✓ Validasyon çalışmalarını yürütecek kişi bu konuda yeterli ve gerekli bilgi ve deneyime sahip olmalıdır.
- ✓ Yapılan test, ölçüm ve analizin bilimsel prensibini anlamış olmalıdır.
- ✓ Validasyon sonuçlarının hesaplanması, yorumlanması konusunda yeterli istatistik bilgisine sahip olmalıdır.
- ✓ Metroloji konusunda yeterli temel bilgiye sahip olmalıdır.
- ✓ *Validasyon çalışmalarını bir laboratuvarında bu konularda yeterli olan kişiler tarafından planlanıp yürütülmelidir.*
- ✓ *Validasyon çalışmalarının raporlanması ve yorumlanması için gerekiyorsa dışarıdan hizmet alınmalıdır.*

13

Metot Validasyon Planı

Metot Validasyon planı:

- ✓ Metodun türüne göre,
- ✓ Ölçüm aralığına göre
- ✓ Kullanılan cihazlara
- ✓ Metodu uygulayan kişi sayısına göre
- ✓ Metot sonucu istenen kaliteye göre
- ✓ Analiz hızı
- ✓ Analiz maliyetine göre belirlenmelidir.

14

Metot Validasyon Planı

Metot Türü (Metrolojik prensibi-Fiziksel-Kimyasal)

- ✓ Kalibrasyon
- ✓ Ölçüm Metodu
- ✓ Analiz Metodu
- ✓ Test Metodu

Metot Türü (Metodun geçmişine-kaynağına göre)

- ✓ Standart Metot
- ✓ Tek laboratuvarda geliştirilmiş metot (In-House Metot)
- ✓ Değiştirilmiş Standart veya Valide edilmiş Metot (Add-Hoc metot)
- ✓ Deneysel Metot (Empirical Metot)

15

Metot Validasyon Planı

Analiz Metotları (Konsantrasyona göre)

- ✓ Kalitatif Tanımlama (var-Yok)
- ✓ Saflık-Limit
- ✓ Saflık- Miktar
- ✓ Miktar –Assay

Analiz Metot Türü (Kullanım amacına göre)

- ✓ Tarama (Screening)
 - ✓ Kalitatif
 - ✓ Kantitatif
- ✓ Doğrulama (Cofirmation)
 - ✓ Kalitatif
 - ✓ Kantitatif

16

Metot Validasyon Parametreleri

Ölçüm Metotları

- ✓ Doğruluk (Accuracy)
- ✓ Tekrarlanabilirlik (Repeatability)
- ✓ Tekrar Üretilirlik (Reproducibility, Uyarlık)
- ✓ Ölçüm Aralığı (Range)

Test Metotları

- ✓ Tekrarlanabilirlik,
- ✓ Tekrar üretilebilirlik
- ✓ Karşılaştırılabilirlik (Doğruluk ?)

17

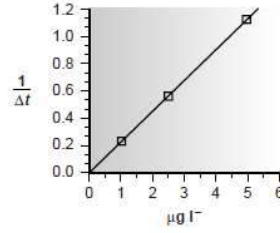
Metot Validasyon Parametreleri

Analiz Metotları

- ✓ Spesifiklik (Specificity)
- ✓ Seçicilik (Selectivity)
- ✓ Tekrarlanabilirlik (Repeatability)
- ✓ Tekrar Üretilirlik (Reproducibility)
- ✓ Doğruluk (Accuracy)
- ✓ Geri Kazanım (Recovery)
- ✓ Lineerlik (Linearity)
- ✓ Ölçüm Aralığı (Range)
- ✓ Tayin Limiti (Limit of detection, LOD)
- ✓ Ölçüm Limiti (Limit of quantitation, LOQ)
- ✓ Sağlamlık (Robustness/Ruggedness)
- ✓ Homojenite (Homogeneity)

18

Analiz Doğruluğu Üç Bileşeni



Geri Kazanım + Spesifiklik + Doğruluk = DOĞRU

Analiz Metotlar

19

Laboratuvar koşullarında değişiklikler

(Kontrol edilmesi ve/veya validasyon gerektiren durumlar)

Personel Değişiklikleri:

- ✓ Yeni personel
- ✓ Personel ayrılması

Cihaz Değişiklikleri:

- ✓ Yeni cihaz alınması
- ✓ Cihazda bakım ve/veya arıza-tamir sonrası kullanımı

Kapsam Değişiklikleri:

- ✓ Yeni ürün (matriks)
- ✓ Aynı üründe konsantrasyon aralığı değişimi
- ✓ Kullanılan standart, kimyasal madde değişiklikleri
- ✓ Ortam koşullarında değişim
- ✓ Cihaz yeri değişimi –Taşınma

20

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Her deęiřiklik iin metodun trne gre yapılacak kontroller ve /veya validasyon alıřmaları farklı olacaktır.

Metot trleri:

- ✓ lm Metotları
- ✓ Gravimetrik Metotlar
- ✓ Volumetrik Analiz Metotları
- ✓ Cihazla yapılan analizler
- ✓ Test Metotları

21

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Personel Deęiřiklikleri:

- ✓ Laboratuvar performansı personel sayısından baęımsız olarak sabit olmalı ve kontrol altında tutulmalıdır.
- ✓ Personel ayrılması veya yeni personel yetkilendirmesi laboratuvarın performansını etkilememesi gerekir.
- ✓ Yeni personel ancak daha nceden belirlenen performansı saęladıęında yetkilendirilmelidir.
- ✓ Yeni personelin yaptıęı validasyon alıřmaları validasyon raporuna ek olarak verilmelidir.
- ✓ Ayrılan personelin yaptıęı validasyon verilerinin rapordan ıkarılmasına gerek yoktur.

22

Laboratuvar koşullarında deęişiklikler

Personel Yetkilendirme Süreci:

- ✓ Personelin metodun bilimsel prensiplerini anlaması
- ✓ Metod kapsamına uygu validasyon çalışmalarını yapması
- ✓ Validasyon sonuçlarının hesaplanması ve değerlendirilmesi (istatistik değerlendirme, F,t, ANOVA)

Deęerlendirme.

- ✓ Standart metotta verilen performans kriterlerine göre
- ✓ Müşteri ihtiyaçlarına uygunluęuna göre
- ✓ Daha önce yetkilendirilmiş personel validasyon verilerine göre deęerlendirilmelidir.

Kalite Kontrol

- ✓ Tekrarlanabilirlik kontrolü ($X_1 - X_2 < r$)
- ✓ Tekrar Üretilbilirlik kontrolü ($A - B < R$)
- ✓ Doğruluk $X - X_{CRM} < \pm U$

23

Laboratuvar koşullarında deęişiklikler

Ölçüm Metotları- Personel Deęişikliği

- ✓ Personel cihaz kullanmasını bilmeli
- ✓ Personel ölçüm protokolünü bilmeli
- ✓ Ölçüm sonuçlarının değerlendirme kriterlerini ve nasıl değerlendireceğini bilmeli
- ✓ Tekrarlanabilirliğini gösteren validasyon verileri olmalı
- ✓ Tekrar üretilebilirliğini gösteren verileri olmalı
- ✓ Kalibrasyon ve kalibrasyon kontrolünü yapmalı (metotta belirlenen kriterlere göre)
- ✓ Validasyon sonuçları metotta verilen performansla ve daha önce yetkilendirilmiş kişilerin performansı ile karşılaştırılmalı (F, t testi)

24

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Ölçüm Metotları- Cihaz Deęiřiklięi

- ✓ Yeni cihazın performansı bir kiři tarafından ölçülmeli
- ✓ Cihazın tüm performans özellikleri metotta belirtilen minimum performans deęerlerini sağlamalı
- ✓ Daha önce kullanılan cihazla aynı veya daha iyi performansta olmalı
- ✓ Cihazın tekrarlanabilirlięi
- ✓ Cihazın kalibrasyonu yapılmalı ve kararlılıęı belirlenmeli
- ✓ Cihazın ölçüm aralıęı
- ✓ Cihazın hassasiyeti belirlenmeli
- ✓ Cihaz performansını tek kiřinin belirlemesi yeterli
- ✓ Dięer kiřilere yeni cihazın kullanılması eęitimi verilmeli

25

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Ölçüm Metotları- Cihaz Bakım-Arıza Tamir sonrası

- ✓ Cihaz kalibrasyonu yapılmalı ve kalibrasyon kararlılıęı kontrol edilmeli

Cihaz Tařınma ve Yer deęiřiklięi

- ✓ Cihaz kalibrasyonu yapılmalı ve kalibrasyon kararlılıęı kontrol edilmeli

Cihaz kalibrasyon sonrası

- ✓ Kalibrasyon sonucu bir önceki kalibrasyon verileri ile karşılaştırılmalı
- ✓ Cihaz belirsizlięi ve sapma deęeri metotta verilen aralıklar içinde olmalı

26

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Gravimetrik Ve Volumetrik Metotlar- Personel Deęiřiklięi

- ✓ Personel metodun prensibini anlamalı ve analiz protokolünü bilmeli
- ✓ Ölçüm sonuçlarının deęerlendirme kriterlerini ve nasıl deęerlendireceęini bilmeli
- ✓ Tekrarlanabilirlięini gösteren validasyon verileri olmalı
- ✓ Tekrar üretilebilirlięini gösteren verileri olmalı
- ✓ Doğruluęunu kontrol etmeli
- ✓ Bu çalıřmalar metot kapsamına uygun olarak planlanmalı ve yapılmalı (farklı matriks ve konsantrasyon)
- ✓ Validasyon sonuçları metotta verilen performansla ve daha önce yetkilendirilmiş kiřilerin performansı ile karřılařtırılmalı (F, t testi)

27

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Gravimetrik Ve Volumetrik Metotlar- Cihaz Deęiřiklięi

- ✓ Yeni cihazın performansı bir kiři tarafından ölçülmeli
- ✓ Cihazın tüm performans özellikleri metotta belirtilen minimum performans deęerlerini saęlamalı
- ✓ Daha önce kullanılan cihazla aynı veya daha iyi performansta olmalı
- ✓ Cihazın tekrarlanabilirlięi
- ✓ Cihazın kalibrasyonu yapılmalı ve kararlılıęı belirlenmeli
- ✓ Cihazın ölçüm aralıęı
- ✓ Cihazın hassasiyeti belirlenmeli
- ✓ Cihaz performansını tek kiřinin belirlemesi yeterli
- ✓ Dięer kiřilere yeni cihazın kullanılması eęitimi verilmeli

28

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Cihazla Yapılan Analizler-Personel Deęiřiklięi

- ✓ Personel metodun prensibini anlamalı ve analiz protokolünü bilmeli
- ✓ Ölçüm sonuçlarının deęerlendirme kriterlerini ve nasıl deęerlendireceęini bilmeli
- ✓ Tekrarlanabilirlięini gösteren verileri olmalı
- ✓ Tekrar üretilebilirlięini gösteren verileri olmalı
- ✓ Doğruluęunu kontrol etmeli
- ✓ Bu çalışmalar metot kapsamına uygun olarak planlanmalı ve yapılmalı (farklı matriks ve konsantrasyon)
- ✓ Validasyon sonuçları metotta verilen performansla ve daha önce yetkilendirilmiş kişilerin performansı ile karşılaştırılmalı (F, t testi)

29

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Cihazla Yapılan Analizler-Cihaz Deęiřiklięi

- ✓ Yeni cihazın performansı bir kişi tarafından ölçülmeli
- ✓ Cihazın tüm performans özellikleri metotta belirtilen minimum performans deęerlerini sağlamalı
- ✓ Daha önce kullanılan cihazla aynı veya daha iyi performansta olmalı
- ✓ Cihazın tekrarlanabilirlięi
- ✓ Cihazın kalibrasyonu yapılmalı ve kararlılıęı belirlenmeli
- ✓ Cihazın ölçüm aralıęı
- ✓ Cihazın hassasiyeti belirlenmeli
- ✓ Cihaz performansını tek kişinin belirlemesi yeterli
- ✓ Dięer kişilere yeni cihazın kullanılması eęitimi verilmeli

30

Laboratuvar kořullarında deęişiklikler

Cihazla Yapılan Analizler-Örnek cinsi ve analiz aralığı Deęişikliği

- ✓ Yeni örnek için katı örneğe homejenizasyon çalışması yapılmalı

Yeni örnek için ;

- ✓ Tekrarlanabilirlik
- ✓ Tekrar üretilebilirlik
- ✓ Doğruluk-Geri kazanım çalışması

Aynı örnek analiz aralığı deęişikliği için:

- ✓ Tekrarlanabilirlik
- ✓ Tekrar üretilebilirlik
- ✓ Doğruluk-Geri kazanım çalışması

31

Belirsizliğin kontrol altında tutulması

İlk validasyon sonrası belirsizlik bütçesi oluşturulup belirsizlik hesaplandıktan sonra:

- ✓ Belirsizliğe (önemli) katkısı olan parametreler düzenli olarak kontrol altında tutulmalı ve belirlenen koşullarda bütçe revize edilmelidir.

Ölçüm sonucu temel belirsizlik bileşenleri

- ✓ Ölçüm cihazı kalibrasyonu
- ✓ Kalibrasyon kayma (izin veriliyorsa)
- ✓ Ölçüm tekrarlanabilirliği
- ✓ Ölçüm cihazı çözünürlüğü
- ✓ Ölçüme etki eden koşullar (sıcaklık vs)
- ✓ Personel eksilmesi veya ilavesi ???

32

Belirsizliğin kontrol altında tutulması

Gravimetrik Analizler temel belirsizlik bileşenleri

- ✓ Ölçüm cihazı kalibrasyonu (terazi)
- ✓ Örnek homojenliği
- ✓ Analiz tekrarlanabilirliği, tekrar üretilebilirliği
- ✓ Analiz aralığı
- ✓ Personel eksilmesi veya ilavesi ???

33

Belirsizliğin kontrol altında tutulması

Volumetrik Analizler temel belirsizlik bileşenleri

- ✓ Ölçüm cihazı kalibrasyonu (terazi)
- ✓ Hacim ölçüm cihaz kalibrasyonu (örnek hacmi, titrasyon hacim ölçüm)
- ✓ Titrasyon standardı değişikliği
- ✓ Örnek homojenliği
- ✓ Analiz tekrarlanabilirliği, tekrar üretilebilirliği
- ✓ Analiz aralığı
- ✓ Personel eksilmesi veya ilavesi ???

34

Belirsizliğin kontrol altında tutulması

Cihazla yapılan analizler temel belirsizlik bileşenleri

- ✓ Örnek hazırlama aşamasından kaynaklanan belirsizlikler (örnek tartım, örnek hacim)
- ✓ Kalibrasyon standardı
- ✓ Kalibrasyon doğrusu
- ✓ Örnek homojenliği
- ✓ Analiz tekrarlanabilirliği, tekrar üretilebilirliği
- ✓ Analiz aralığı
- ✓ Geri kazanım (varsa)
- ✓ Personel eksilmesi veya ilavesi ???

35

Belirsizliğin kontrol altında tutulması

- ✓ Laboratuvar koşullarında değişiklik olduğunda belirsizliğe etkisi olmayacak şekilde her değişiklik kontrol altında olmalıdır.
- ✓ Personel eklendiğinde veya eksildiğinde belirsizlik değişmemelidir.
- ✓ Cihaz değiştiğinde, cihaz her kalibre edildiğinde
- ✓ Kullanılan standart, referans, kimyasal madde değiştiğinde belirsizliğe etkisi olmamalıdır.
- ✓ Laboratuvarın kalite standardı gereği kişiden bağımsız (kontrol altında tutularak) değişmeyen tek belirsizliği olmalıdır. !!!

36

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 Charts*
- ✓ *ISO 5725-6 Accuracy of measurement methods and results*
- ✓ *EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement Third Edition QUAM:2012.*

37

Akreditasyon Kapsamı

| Deney Alanı - Deneyi Yapılan Malzemeler/Ürünler* | Deney Adı /Name of Test | Deney Metodu (Ulusal, uluslararası standartlar, işletme-içi metodlar) |
|--|--------------------------|--|
| İçme Suyu | pH Ölçümü | Spesifiklik(Specifity) Seçicilik (Selectivity) Tekrarlanabilirlik(Repeatability) Tekrar Üretilebilirlik (Reproducibility) Doğruluk (Accuracy) Geri Kazanım (Recovery) Lineerlik (Linearity) Ölçüm Aralığı (Range) Tayin Limiti(Limit of detection, LOD) Ölçüm Limiti(Limit of quantitation, LOQ) |
| İçme Suyu | Kurşun Analizi | |
| Kömür | Nem Tayini | |
| Kömür | Kükürt Analizi-Tayaini | |
| Meyve Ve Sebze | Pestisit Kalıntı Analizi | |
| Fındık Ezmesi | Aflatoksin Analizi | |
| Tüm Gıdalarda | Nem Tayini | |
| ISG Çalışama Ortamı | Termal Konfor Ölçümü | |
| ISG Çalışama Ortamı | Gürültü Ölçümü | |
| Çelik İnşaat Malzemelri | Çekme Testi | |

38

Belirsizlik Raporlama Örnekleri

| 1. kişi Belirsizliği | | Sapma | k | Belirsizlik |
|----------------------------|-------------------------|-------|--------|-------------|
| Cihazdan Gelen Belirsizlik | | 0.007 | 2 | 0.0035 |
| Metottan Gelen Belirsizlik | Tekrarlanabilirlikten % | 0.22 | kök 10 | 0.022 |
| | Personelden (%) | 7.57 | | 0.757 |

| | |
|---------------------------|-------------|
| Bileşik Belirsizlik | 0.757869683 |
| Genişletilmiş Belirsizlik | 1.515739365 |
| % Belirsizlik | 152 |

| 2. kişi Belirsizliği | | Sapma | k | Belirsizlik |
|----------------------------|-------------------------|-------|--------|-------------|
| Cihazdan Gelen Belirsizlik | | 0.007 | 2 | 0.0035 |
| Metottan Gelen Belirsizlik | Tekrarlanabilirlikten % | 0.1 | kök 10 | 0.01 |
| | Personelden (%) | 3.53 | | 0.353 |

| | |
|---------------------------|-------------|
| Bileşik Belirsizlik | 0.354319709 |
| Genişletilmiş Belirsizlik | 0.708639417 |
| % Belirsizlik | 71 |

41

Belirsizlik Raporlama Örnekleri

170.655±0.579129 °C

1 ml pipet 1.00 ± 0.33 ml

pH 7,0296 ± 0,1

56 ± 2.675 ppm

0.019 ± 0.22 mg/kg 10
yıllık Akredite Lab

(Se) : 9,66275 ± 0,226 µg/L

4,66075 ± 0,2338 µg/L

42

| Lab | Metot | Cihaz | Sonuç | Ölçüm Belirsizliği |
|-----|----------------|---------------|-------|--------------------|
| 101 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 60,0 | 1,26 |
| 102 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 62,9 | 0,9 |
| 104 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 60,0 | 1 |
| 109 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 58,0 | 0,3 |
| 110 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 60,0 | 0 |
| 111 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 60,0 | 0,1 |
| 112 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 59,1 | 0,85 |
| 113 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 60,0 | 0,66 |
| 114 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 60,0 | 1,8 |
| 116 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 60,0 | 1,8 |
| 120 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 60,0 | 0,72 |
| 122 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 59,2 | 0,43 |
| 124 | | | | |
| 125 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 61,0 | 0,342 |
| 126 | TS EN ISO 2719 | Yarı Otomatik | 61,0 | 0,9 |
| 127 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 59,0 | 2,36 |
| 131 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 62,0 | 0 |
| 132 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 62,0 | 1 |
| 133 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 59,5 | 0,35 |
| 136 | | | | |
| 137 | | | | |
| 138 | | | | |
| 139 | ASTM D 93 | Otomatik | 58,0 | 0,58 |
| 141 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 59,5 | 0,676 |
| 142 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 60,0 | 1,2 |
| 143 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 59,0 | 0,6 |
| 146 | ASTM D 93 | Otomatik | 59,0 | 0,59 |
| 147 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 60,0 | 1 |
| 149 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 61,0 | 3,4 |
| 150 | TS EN ISO 2719 | Yarı Otomatik | 60,0 | 0,34 |
| 152 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 57,0 | 0,42 |
| 158 | ASTM D 93 | Otomatik | 59,0 | 1,15 |
| 161 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 57,5 | 0,3 |
| 164 | ASTM D 93 | Otomatik | 60,0 | 0 |
| 177 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 59,0 | 2 |
| 180 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 61,5 | 1,33 |
| 181 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 59,0 | 2,14 |
| 182 | TS EN ISO 2719 | Manual | 64,0 | 0 |
| 189 | ASTM D 93 | Otomatik | 63,0 | 2,5 |
| 192 | TS EN ISO 2719 | Otomatik | 61,0 | 1,5 |

| PARLAMA NOKTASI | |
|-----------------|-----|
| Min | 0.1 |
| Max | 4.2 |
| Oran | 42 |

42 Belirsizlik Sonuçtan 9 adedi makul raporlanmış





FTIR SPEKTROMETRE İLE RAF ÖMÜRLÜ KİMYASAL MALZEMELERİN KONTROLÜ

Raziye Taşer

1'inci Hava Bakım Fabrika Müdürlüğü, Eskişehir
raziyeertas@hvkk.tsk.tr

(Nisan 2018)

Giriş



1'inci Hava Bakım Fabrika Müdürlüğünde uçak üzerinde kullanılan boya, yapıştırıcı, penetrant, yıkama sıvıları gibi çeşitli kimyasal malzemelerden raf ömrü uzatılabilecek tipte olanlar, belli periyotlarla laboratuvar test ve analiz işlemlerine tabi tutulmaktadır.

Raf ömür kontrollerinde kullanılan cihazlardan biri **FTIR (Fourier transform infrared) spektrometre** olup, kısa sürede güvenilir sonuçlar alınarak kimyasal malzemelerin bozulup bozulmadıklarının tespiti yapılmaktadır.

Giriş



Kontrol edilen kimyasal malzemelerin parmak izi (fingerprint) olarak adlandırılan orjinal spektrumları, kütüphane şeklinde kayıt altına alınmaktadır.

Laboratuvara gönderilen malzemelerden alınan numunelerin, FTIR cihazından elde edilen spektrumları kütüphanedeki orjinal spektrumlarıyla karşılaştırılmaktadır.

Kapsam



Raf Ömür Kontrol Süreci

FTIR Spektroskopi Tekniği

FTIR Spektrometre Uygulamaları

Raf Ömür Kontrol Süreci



Raf Ömürlü Malzeme (RÖM)

Zamanla kimyasal ve fiziksel özellikleri bozulabilen, üretim tarihine göre sınırlı kullanım süresi olan ve bu süre sonunda kullanımına son verilen (kal edilen) ya da analiz sonucuna göre kullanım ömrü uzatılabilen malzemelerdir.

Raf Ömür Kontrol Süreci



Raf Ömürlü Kimyasal Malzemeler;

Tip I raf ömrü dolduğunda kullanımdan alınıp usulüne göre bertaraf edilir.

Tip II raf ömrü dolduğunda ilgili teknik dokümanı ya da üreticinin resmi belgeleri referans alınarak test ve analiz işlemlerine tabi tutulur ve belirlenen süre boyunca kullanımına devam edilir.

Raf Ömür Kontrol Süreci



Raf ömür kontrolünde test ve analiz sonuçları uygun olan Tip II malzemeler;

İlgili dokümanda raf ömür uzatım süresi belirtilmişse, bu süre kadar, aksi takdirde malzemenin raf ömründen daha kısa bir süre kadar raf ömür uzatımı yapılarak son kullanma tarihi verilir. (*) (**)

Raf ömrü uzatımı, stok ve lot/parça numarası bazında, tekrar test ve analiz işlemi için son kullanma tarihine en geç 60 gün kala laboratuvarında olacak şekilde planlanarak yapılır.

MIL-PRF-23586F

TABLE I. Physical properties after cure. - Continued.

| Characteristics | Requirements by type | | | Test paragraph |
|---|----------------------|-----|-----|----------------|
| | I | II | III | |
| Oil immersion 72 hours at 100°C, change in: | | | | |
| Weight, %, maximum | | +5 | | |
| Volume, %, maximum | | +10 | | |
| Hardness, points, maximum | | -10 | | 4.7.14 |
| Tensile strength, %, maximum | | -25 | | |
| Elongation, % from original, % maximum | | -25 | | |
| Heat aging 72 hours at 204°C: | | | | |
| Adhesion, pounds, minimum | | 4 | | |
| Change in: | | | | |
| Hardness, points, maximum | | ±10 | | 4.7.15 |
| Tensile strength, %, maximum | | -25 | | |
| Elongation, % from original, % maximum | | -25 | | |

3.3.2.4.1 Shelf life extension (for field use). The field storage life of these compounds may be extended an additional 3 months providing the requirements specified in 3.3.2.4 are met. The method of examination shall be as specified in 4.7.18.1. Material may be tested again after 3 more months storage. If acceptable, extend the storage period an additional 3 months.

3.3.2.5 Electrical properties. The electrical properties of the cured sealing compound shall conform to the requirements in table II.

3.4 Unit of issue. In order to interface with existing equipment and meet the required storage characteristics, the sealing compound unit of issue shall be in kits as follows:

- 1 pint and 1 gallon kits - Base compound filled to 75 percent by volume in multiple friction top 1 pint or 1 gallon metal containers with the appropriate amount of curing

T.O. 42A3-1-2

using activity will consume before the expiration date of the storage life. When purchasing materials having a critical storage life, stipulation shall accompany the purchase request, for direct shipment from manufacturer to using activity.

1-21. When materials are procured through local purchase it is the responsibility of the local contracting officer to state the requirements of the applicable specification and to ascertain that materials so purchased are stable for the intended application. When unsatisfactory material is received, it shall be brought to the attention of the local contracting officer so that necessary adjustments can be made with the manufacturer.

1-22. CENTRAL PROCUREMENT. Materials coded other than LP or COM in the FSC 80 stock list are centrally procured. These materials are obtained by requisitioning from the central supplying agency. When unsatisfactory materials are received, they shall be placed in "hold status" and an unsatisfactory report submitted in accordance with T.O. 00-35D-54. The unsatisfactory report shall contain all available information pertinent to the unsatisfactory material, such as manufacturer's name, date of manufacture, date received by using activity, quantity of unsatisfactory material on hand, batch number, purchase order number and how material failed.

1-23. STORAGE. Improper and/or prolonged storage conditions damaged cements and sealants;

therefore, it is essential that proper storage be provided. The storage area shall be cool and dry, dark and fireproof. Ample fire extinguishers of the foam or carbon dioxide type shall be provided for the storage area

1-24. Materials shall be stored and issued in order of the date of manufacture shown on the labels. Materials bearing the oldest date shall be issued first. In the event that date of manufacture is not shown on the container, date of receipt will be considered and marked as the approximate date of manufacture for purposes of storage and issue.

1-25. Storage life T.O. 00-20K-1 contains policy concerning the storage life testing and disposition instructions for material in the 8030 and 8040 National Stock classes. The official source of assigned shelf life data is the stock-list, C-ML. Material that has reached the assigned storage life period shall be tested for deterioration. If it is found to be satisfactory for continued use, it should be updated in accordance with AFM 23-110, Volume 7, Part 3 and the reinspection date should be entered on outer containers of unopened shipping containers and on all unpacked units of issues. Material shall be retested at the expiration of each period and updated as long as it remains serviceable.

FTIR Spektroskopy Tekniği



FTIR Spektroskopisi;

Matematiksel Fourier transformasyon yöntemi ile ışığın infrared yoğunluğuna karşı dalga sayısını ölçen bir kimyasal analitik yöntemdir.

FTIR spektrometre gelişmiş bir infrared spektrometredir.

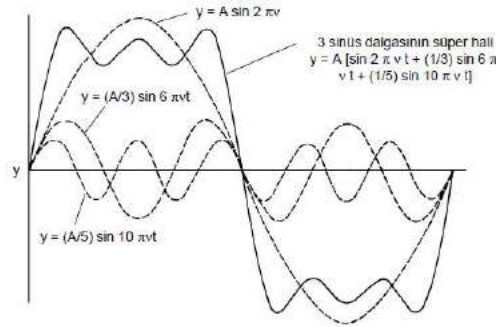
FTIR Spektroskopy Tekniđi



Fourier transform;

Fransız matematikçi Jean Baptiste Joseph Fourier'in (1768-1830) geliřtirdiđi bir matematiksel iřlemdir.

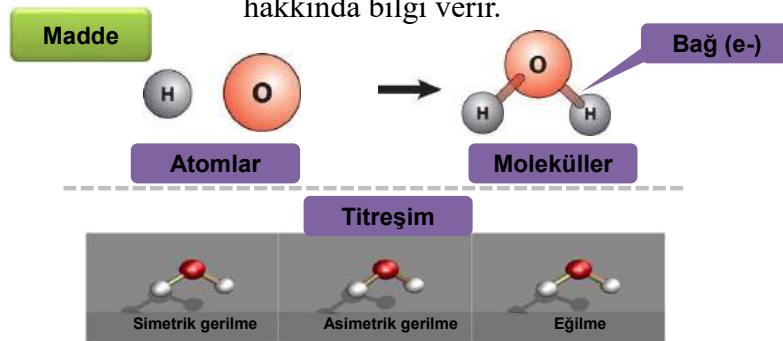
FTIR spektrometrelerde elde edilen ve interferogram denilen sinyalin bilgisayar ile spektruma çevrilmesinde kullanılır.



FTIR Spektroskopy Tekniđi




Infrared (IR) spektroskopisi; moleküllerdeki çeřitli bađların titreřim frekanslarını ölçer ve moleküldeki fonksiyonel gruplar hakkında bilgi verir.




Moleküller içerdikleri atomların cinsine ve bađ yapılarına göre çeřitli titreřim hareketleri yaparlar. Moleküldeki atomların titreřimi sırasında atomlar arası uzaklık büyüyüp küçüldüđünden iki atom arasında bir elektriksel alan meydana gelir.

FTIR Spektroskopy Tekniđi



Iřık

- Deđiřen elektrik alanı
- Frekans X



Absorbsiyon


Madde

- Deđiřen elektrik alanı (**dipol**)
- Frekans X


Molekölün elektriksel alanının titreřimi IR ışınının elektriksel alanının titreřimine uyunca IR ışını absorblanır ve bunun sonucunda titreřim hareketinin frekansı daha da artar ve moleküldeki yük dağılımı daha asimetrik hale gelir. Bu kořulu sađlayan maddelere IR aktif maddeler denir. Bu maddeler;

- Titreřim sırasında net bir dipol momentine deđiřimine sahip olan,
- Yük dağılımları asimetrik olan polar moleküllerdir.

FTIR Spektroskopy Tekniđi

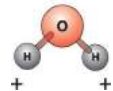



Absorpsiyon



Dipol

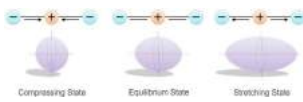
- Diatomik moleküller, farklı tipte atomlardan oluřan.**
Ör.: HF, CO, NO
- Asimetrik ve simetrik titreřimler, poliatomik moleküllere sahip bileřen grupları**
Ör.: Si-O, O-H, C-Cl, C-F, C=O, C-H



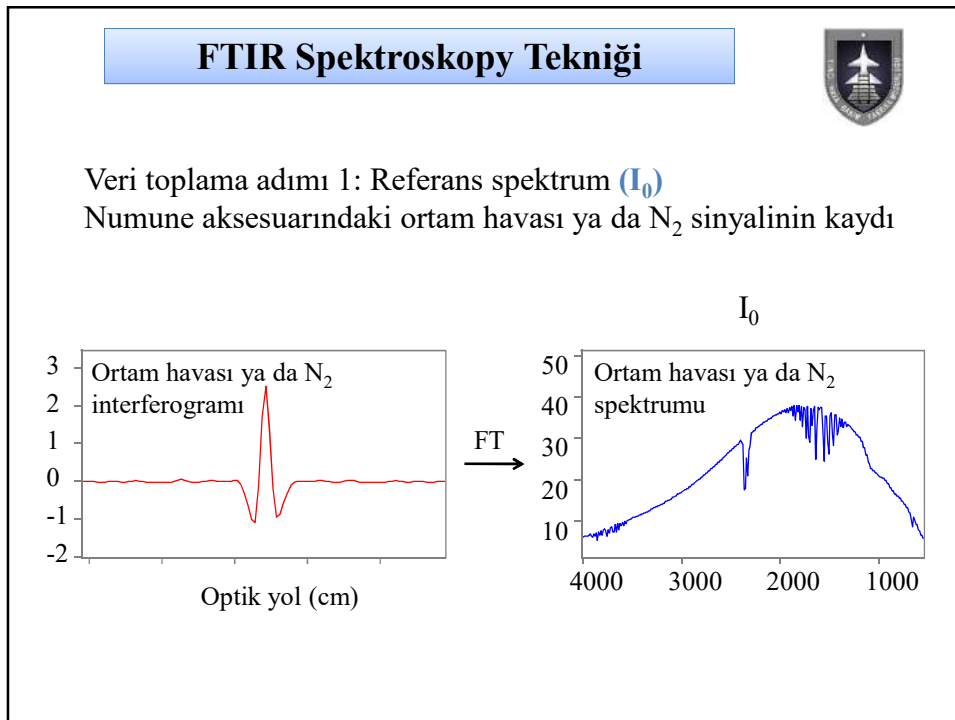
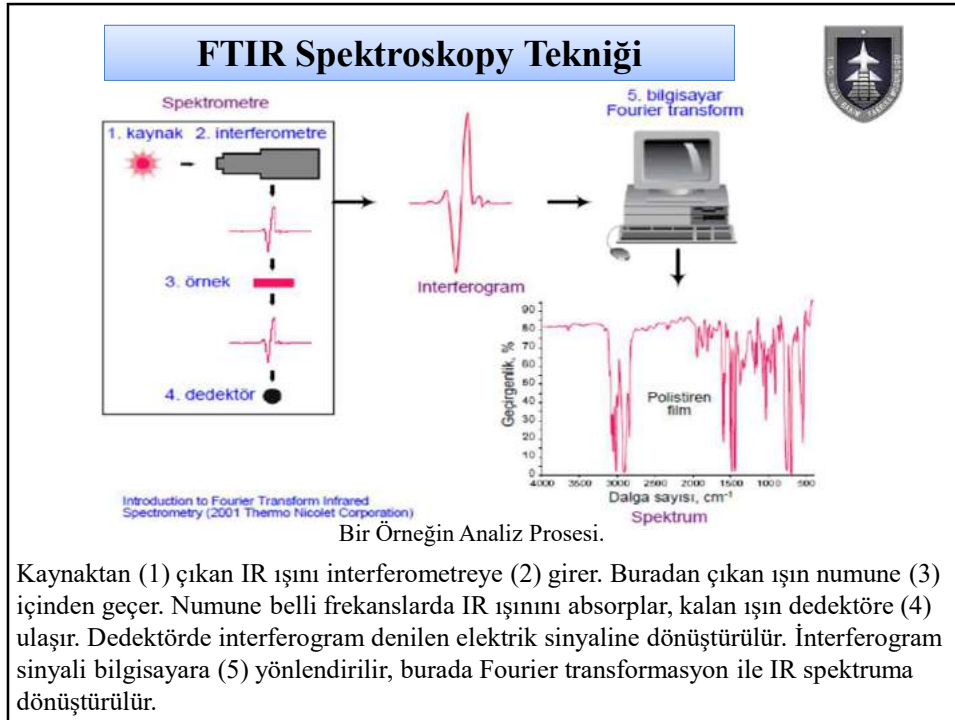


Dipol olmayan

- Atomik türler**
Ör.: Cl, Pb, He, Ne, Ar, Kr
- Diatomik moleküller, aynı tipte atomlardan oluřan.**
Ex. : H₂, N₂, O₂, F₂, Cl₂, Br₂



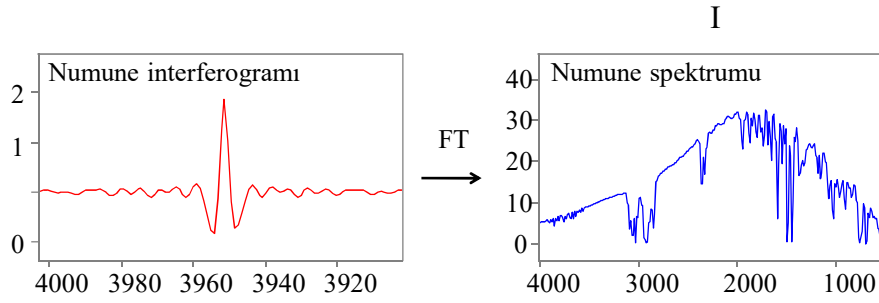
IR ile aktif titreřimli her bileřik (*dipol*) analiz edilebilir



FTIR Spektroskopy Tekniđi



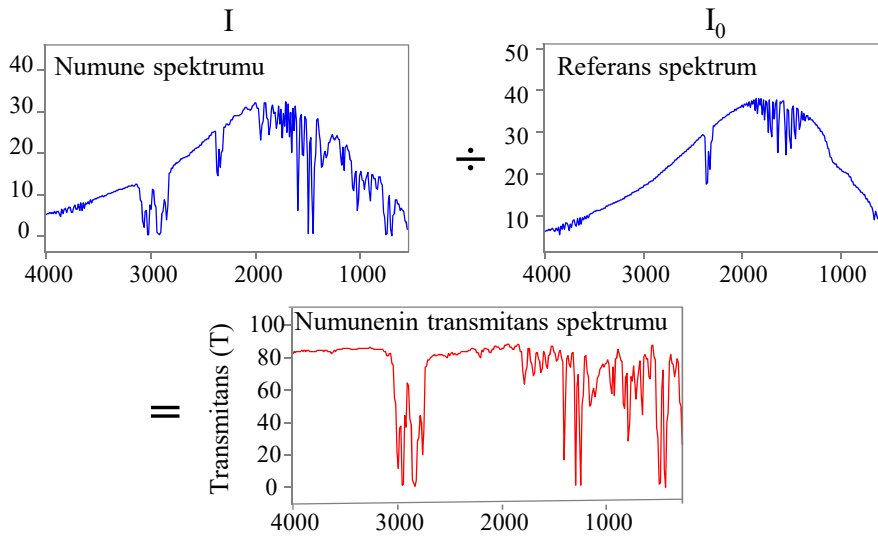
Veri toplama adımı 2: Numune spektrumu (I)
Numune aksesuarındaki numune sinyalinin kaydı



FTIR Spektroskopy Tekniđi



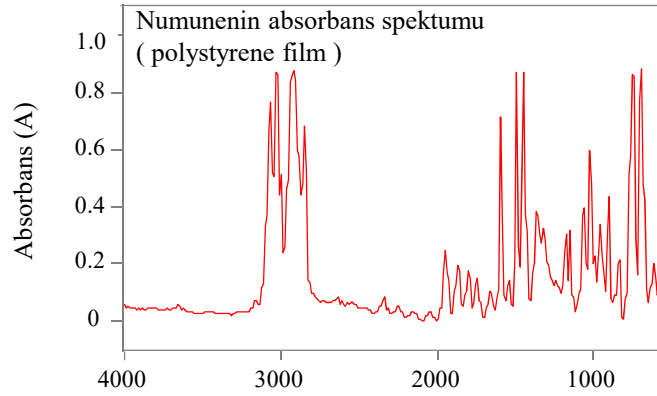
Veri toplama adımı 3: Transmittans (T) spektrumu (I/I_0)



FTIR Spektroskopy Tekniđi



Veri toplama adımı 4: Absorbans (A) spektrumu ($A = -\log T$)



FTIR Spektroskopy Tekniđi



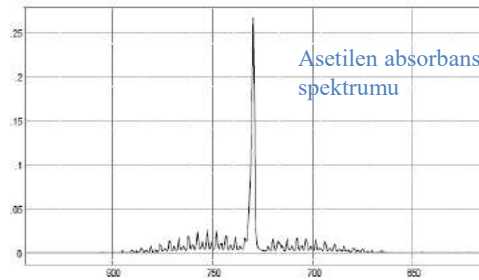
- X eksenini **dalga sayısı (cm^{-1} ya da $1/\text{cm}$)**
- Y eksenini ışık **yođunluđu**
 - **Transmitans (% ya da T%)**: numune içinden geçen ışığın yüzdesi.
 - **Absorbans (Abs ya da a.u. ya da A)**: Numunenin absorbladığı ışık miktarı.
 $Abs = -\log(T\%)$

FTIR Spektroskopy Tekniđi



Moleküllerin her birinin karakteristik spektrumu vardır. Kullanılacak spektrumun belirli bölgelerini seçmek yaygın bir uygulamadır.

Parmak izi (fingerprint) olarak adlandırılan $400-2000\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığındaki bölgede malzemenin kendine has özelliklerini belirlemek mümkündür.



FTIR Spektroskopy Tekniđi



Kızıl ötesi emilim temel frekansın katlarında da oluşabilir. Özellikle bütün organik moleküllerde bulunan C-H gerilme frekansının (2900 cm^{-1}) katları infrared analizlerinde sıklıkla kullanılır. Bu frekanslar 3000 cm^{-1} üzerindeki spektrumun yakın kızılötesi bölgesinde meydana gelir.

Temel bölge olarak adlandırılan $400-4000\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığında; farklı moleküllerin olması nedeniyle absorpsiyon bantları diğer bölgelere göre en az üst üste gelmektedir.

FTIR Spektroskopi Tekniđi



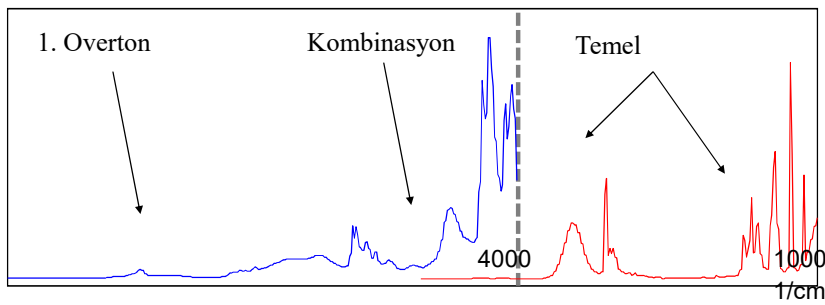
FTIR spektrometreler FT-MIR (mid-infrared) ve FT-NIR (near- infrared) olmak üzere iki tiptedir. Aralarındaki fark genel olarak optik gereklilikler olup;

FT-MIR spektrometreler yaklaşık $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$

FT-NIR spektrometreler yaklaşık $4000\text{-}12000\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığında çalışır.

NIR

MID



FTIR Spektrometre Uygulamaları



Raf Ömürlü Kimyasal Malzemelerin Kontrolünde Kullanılan
FTIR Spektrometre Cihazı

FTIR Spektrometre Uygulamaları



FT-MIR spektrometre ile sıvı, viskoz ve katı malzemelerin, FT-NIR spektrometre ile berrak haldeki sıvı malzemelerin analizleri gerçekleştirilmektedir.

Günlük olarak validasyon, her analiz öncesinde de referans spektrum alınarak sıfırlama işlemleri yapılmaktadır.

FTIR Spektrometre Uygulamaları



Validation Report 2017-05-15 12:09:26

Spectrometer HATR Basic Validation Report

Validation Status: PASSED

Report Number: 2017-05-15_1209m26

Performed by: Admin

Associated Validation Template: VAL0001_MIR0001_DTGS_HATR_v01

Validation Type: Basic

| | |
|---------------------|-----------|
| Spectrometer model: | MIR0001 |
| Serial Number: | 1807655-1 |
| Accessory model: | |
| Serial Number: | |
| Detector model: | DTGS |
| Detector Gain: | 22.13 |

Comment: Fehul

Back Validation

Revolutions: 1

Score: 1

Number of measurements: 30

| Line Position (cm ⁻¹) | Tolerance Min | Tolerance Max | Status | Minimum | Maximum |
|-----------------------------------|---------------|---------------|--------|----------|----------|
| [1285-1226] | 1287.560 | 1188.000 | Passed | 1268.020 | 1188.023 |
| Line Width (cm ⁻¹) | 0.000 | 1.300 | Passed | 1.067 | 1.062 |
| [1285-1226] | 0.000 | 0.400 | Passed | 0.144 | 0.140 |
| Line Height (ÅH) | | | | | |
| [1285-1226] | | | | | |
| Energy below cut-off (%) | -0.100 | 0.100 | Passed | -0.002 | 0.098 |
| D30-40 (mm) | 100.000 | 18000.000 | Passed | 500.143 | 563.378 |

Measurement failed

MIR0001 Select Instrument

Instrument: VAL0001_MIR0001_DTGS_HATR_v01

Validate Live Signal Strength 13.4%

Reference: [None]

Sample Information

Name: Fehul

Comment: Fehul

Acquisition: Validation Health Monitoring

Template: VAL0001_MIR0001_DTGS_HATR_v01

Type: Basic

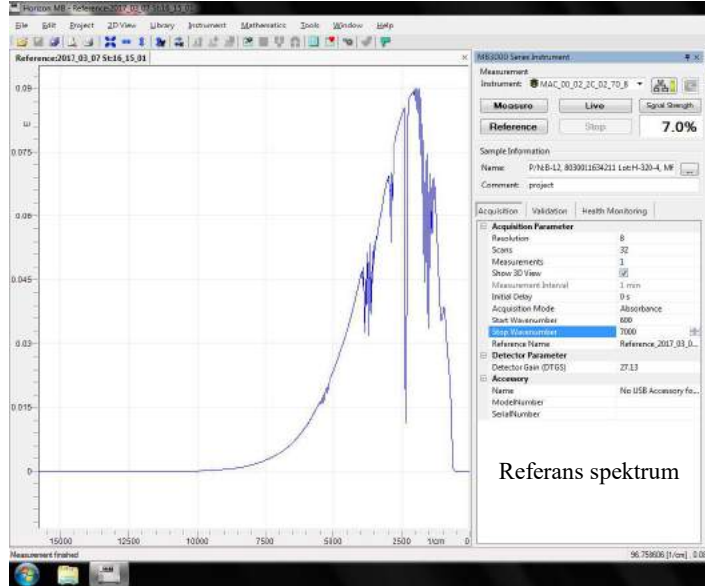
Comment: Fehul

Report: [None]

Back Passed

Validasyon raporu

FTIR Spektrometre Uygulamaları



FTIR Spektrometre Uygulamaları



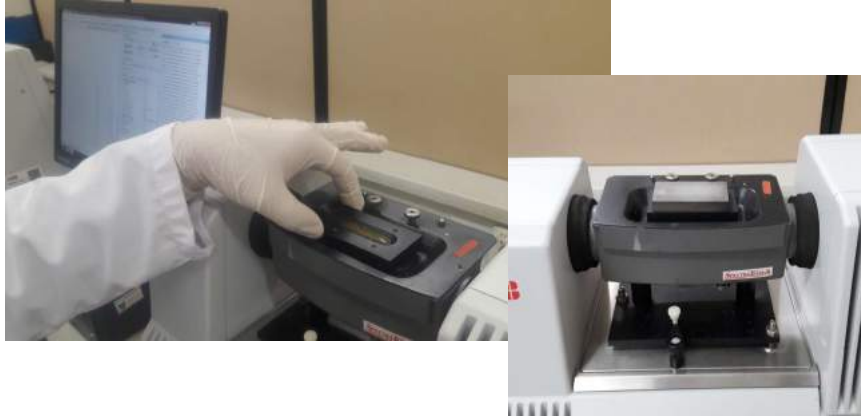
FT-MIR spektrometrede numune alma aksesuarı olarak IR verici özelliğe sahip ATR (Attenuated total reflection) kristali kullanılmaktadır.



FTIR Spektrometre Uygulamaları



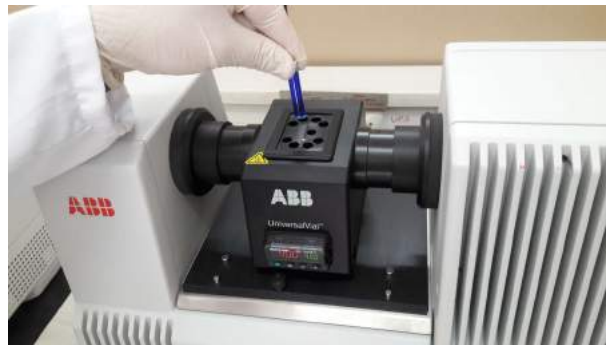
ATR kristali ışın yoluna yerleştirilir, üzerine numune uygun şekilde konulur ve üst kısmı kapatılır.



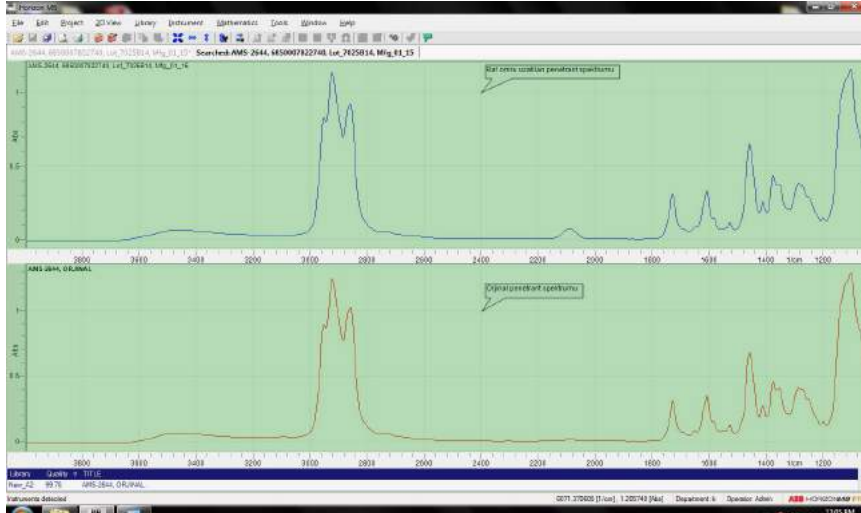
FTIR Spektrometre Uygulamaları



FT-NIR spektrometrede; 1 ml'lik küçük cam tüplerle örnekleme yapılan hoval aksesuarı kullanılmaktadır.

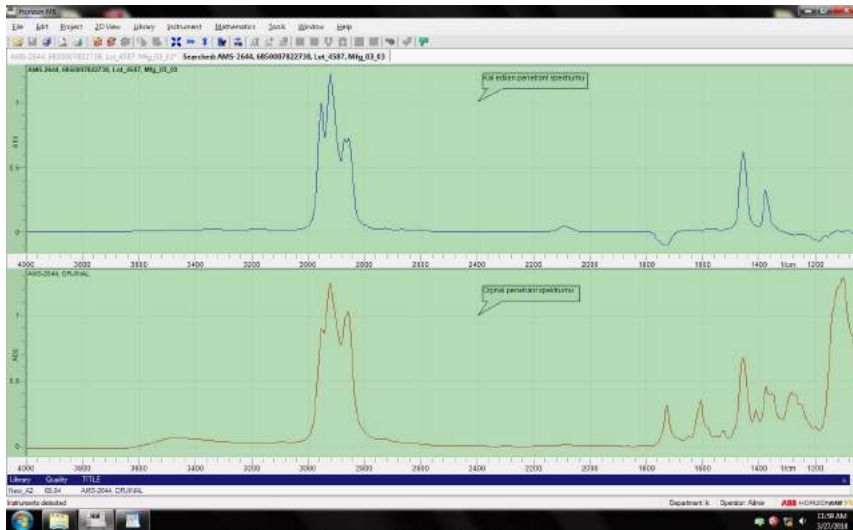


FTIR Spektrometre Uygulamaları



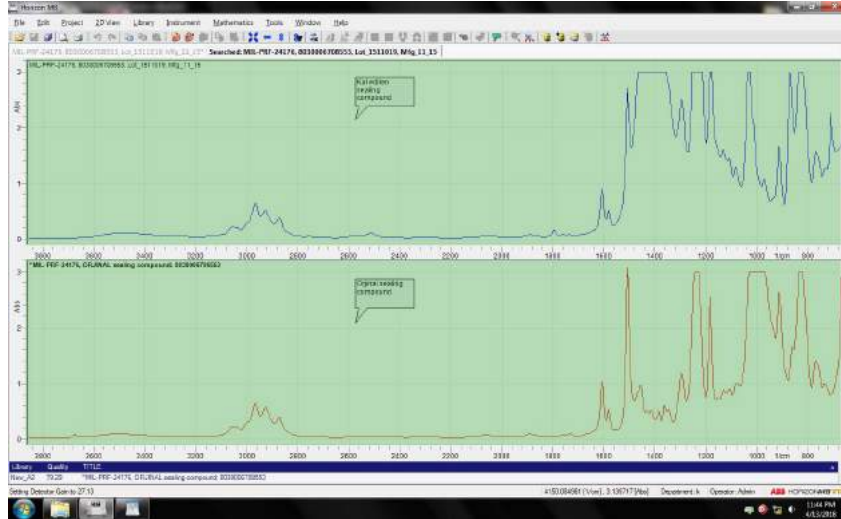
Uçak parçalarının tahribatsız kontrolünde kullanılan penetrant malzemesine ait spektrumun kütüphane karşılaştırması. (QI:%99.76)

FTIR Spektrometre Uygulamaları



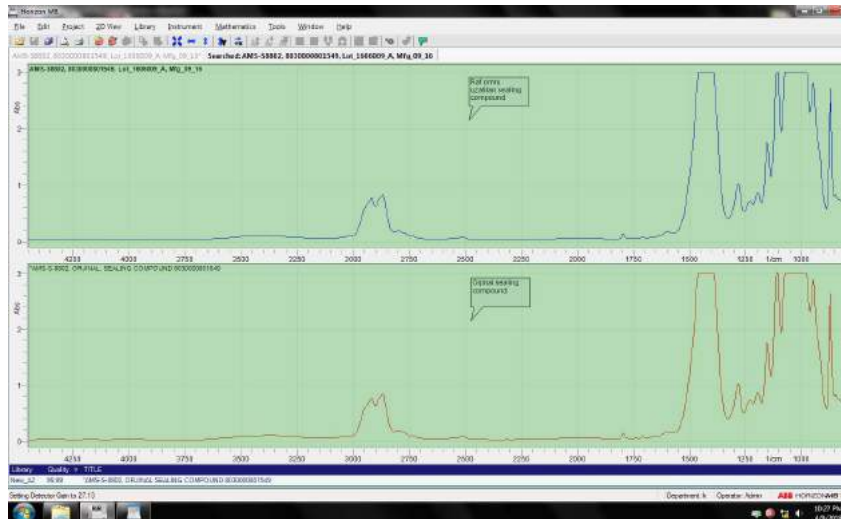
Uçak parçalarının tahribatsız kontrolünde kullanılan penetrant malzemesine ait spektrumun kütüphane karşılaştırması. (QI:%68.84)

FTIR Spektrometre Uygulamaları



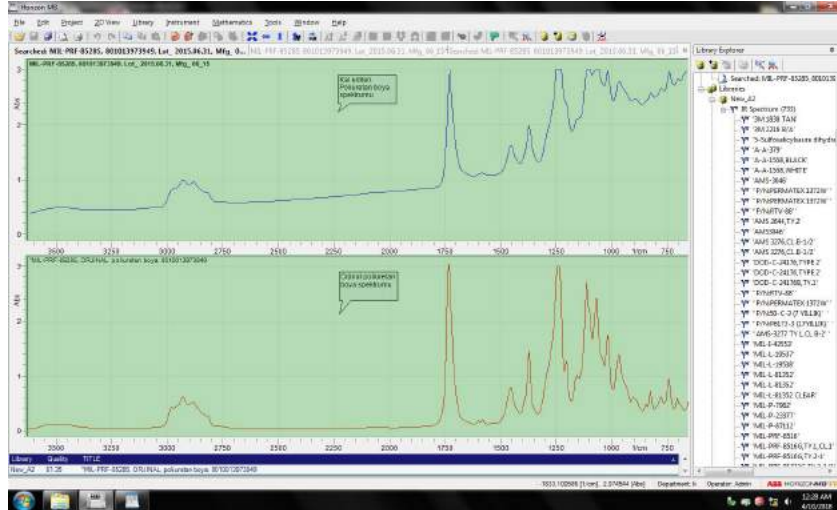
Sealing compound malzemesine ait spektrumun kütüphane karşılaştırması.
(QI:%79.29)

FTIR Spektrometre Uygulamaları



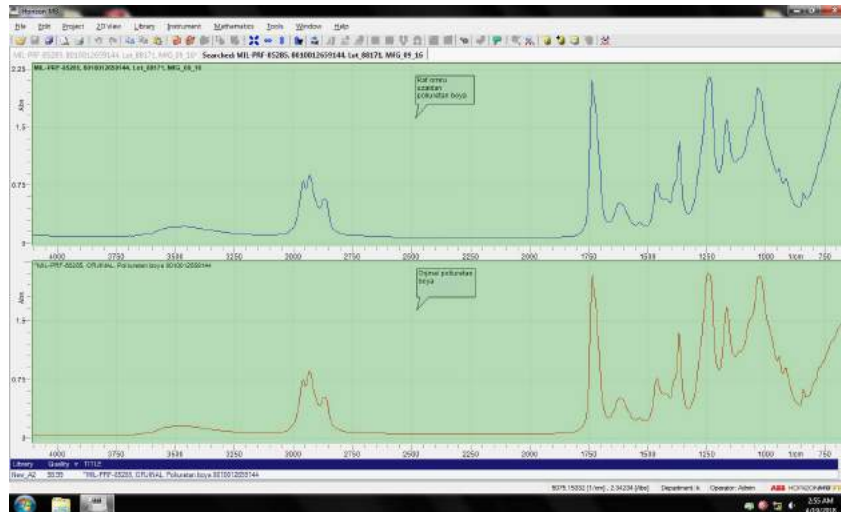
Sealing compound malzemesine ait spektrumun kütüphane karşılaştırması.
(QI:%99.99)

FTIR Spektrometre Uygulamaları



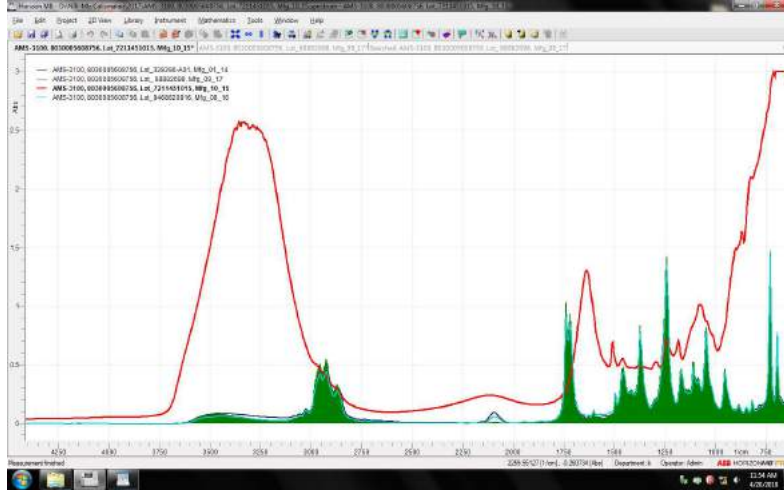
Poliüretan boya malzemesine ait spektrumların kütüphane karşılaştırması
(QI:%81.35)

FTIR Spektrometre Uygulamaları



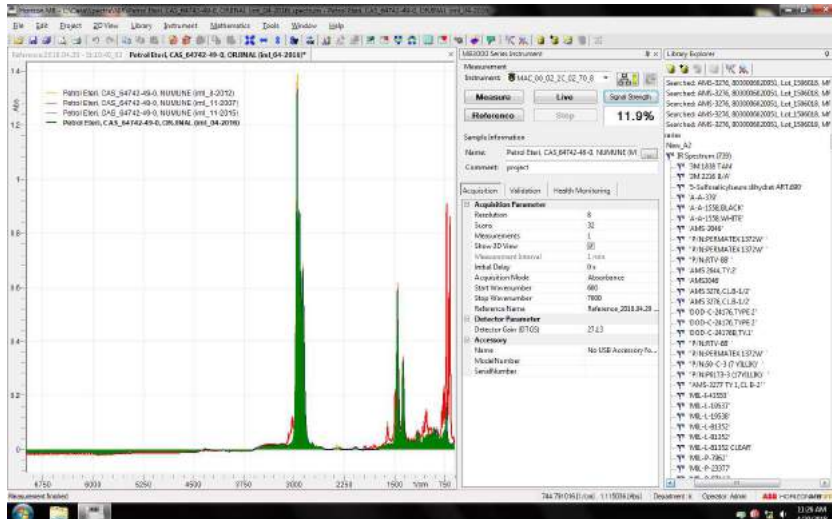
Poliüretan boya malzemesine ait spektrumların kütüphane karşılaştırması
(QI:%99.99)

FTIR Spektrometre Uygulamaları



Adhesive malzemesine ait spektrumların karşılaştırması.

FTIR Spektrometre Uygulamaları



Petrol eteri malzemesine ait spektrumların karşılaştırması.

Sonuç ve Deęerlendirme



Uygun depolama kořullarında, orjinal ambalajı açılmadan muhafaza edildięi sürece malzemelere verilen raf ömrü geçerlidir.

Depolama kořullarının belirlenmesinde malzemelere ait teknik dokümanlardaki ve Güvenlik Bilgi Formlarındaki bilgiler esas alınır.

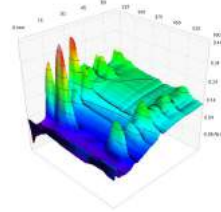
Sonuç ve Deęerlendirme



FTIR cihazının kütüphanesinde orjinal spektrumları mevcut olan ve uygun şartlarda korunan malzemelerin raf ömürlerinin bitiminde, FTIR spektrometre ile analiz edilmesi sonucunda kimyasal yapısında herhangi bir deęişiklik olup olmadığı belirlenmektedir.

Böylelikle, raf ömür kontrol sürecinin etkin ve güvenilir bir şekilde yürütülmesine katkı sağlanmaktadır.

Teşekkürler





**TÜBİTAK UME'de Referans Malzeme Üretimi,
Sertifikalandırılması ve ISO Guide 34 Akreditasyonu**



Dr. Alper İŞLEYEN
TÜBİTAK UME
alper.isleyen@tubitak.gov.tr
26.04.2018

4. Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği Sempozyumu
Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul



Sunum Akışı



- Tarihçe
- Referans Malzeme Üretim Altyapısı ve Süreçleri
- Referans Malzeme Üretim Projeleri
- ISO Guide 34 Akreditasyon Süreci
- Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız
- Diğer Hizmetlerimiz
- Referans Malzemeler Çalıştay Duyurusu



Red. Malzeme Üretimi
ISO GUIDE 34
#01-0011-01R







Referans Malzemeler Tarihçesi



TÜBİTAK

| | | |
|--|---|--|
| <p>İlk yeterlilik testi düzenlendi.</p> <p>Akreditasyon konusunda danışmanlık hizmeti vermeye başlandı.</p> <p>Kimya laboratuvarları altyapısı Dünya Bankası desteği ile kuruldu.</p> <p>TrainMIC (Training in Metrology in Chemistry) etkinliği ilk kez düzenlendi.</p> <p>Ulusal Marker projesi başladı.</p> <p>Ulusal TrainMIC eğitim takımı kuruldu.</p> <p>%85 Avrupa Birliği katkısı ve %15 Ulusal katkı ile kimyasal metroloji ekipmanları tedarik projesi IPA başladı.</p> <p>Referans Malzemeler Laboratuvarı kuruldu.</p> <p>Malzeme işleme ve muhafaza altyapısı tamamlandı.</p> <p>ISO Guide 34 TURKAK akreditasyon başvurusu yapıldı.</p> <p>ISO Guide 34 TURKAK akreditasyon belgesi alındı.</p> | <p>2000</p> <p>2001</p> <p>2003</p> <p>2004</p> <p>2006</p> <p>2007</p> <p>2008</p> <p>2009</p> <p>2012</p> <p>2013</p> <p>2015</p> <p>2016</p> <p>2017</p> | <p>UME-NIST ortak çalışması düzenlendi.</p> <p>"Method Validasyonu ve Belirsizliği" eğitimi vermeye başlandı.</p> <p>CCOM karşılaştırmalarına ilk kez katılım gerçekleştirildi.</p> <p>Avrupa Komisyonu Ortak Araştırma Merkezi-JRC ile işbirliği anlaşması imzalandı.</p> <p>JRC-IRMM ile EMIT (Europe & Metrology in Turkey) projesi başladı.</p> <p>ISO Guide 34 kapsamında iki peer review denetim geçirildi.</p> <p>İlk 2 sertifikalı referans malzeme kullanıma sunuldu.</p> <p>6 yeni sertifikalı referans malzeme kullanıma sunuldu.</p> <p>10 yeni sertifikalı referans malzeme kullanıma sunuldu.</p> <p>1 yeni CRM kullanıma sunuldu.</p> |
|--|---|--|

Vit D CRM'si JCTLM yüksek seviye RM listesine alındı.

3

Referans Malzeme Üretim ve Sertifikalandırma Konusunda Alınan Eğitimler



TÜBİTAK

Toplam 8 Araştırmamız 2009-2012 yılları arasında 1'er yıl süre ile "Europe and Metrology in Turkey (EMIT)" projesi kapsamında Avrupa Komisyonu Ortak Araştırmalar Merkezi Referans Malzemeler ve Ölçümler Enstitüsü, Geel, Belçikada (EC-JRC-IRMM)

Referans Malzeme Üretimi, Sertifikalandırılması ve Referans Ölçümler

Konularında eğitimler almış ve çalışmalara katılmışlardır.

















CRM Üretim ve Sertifikalandırma Altyapısı



TÜBİTAK





Referans Ölçümler İçin ISO Sınıf: 4, 5, 6 Temiz Laboratuvar











Malzeme İşleme, Test ve Saklama Ekipmanları

IPA-2 "Supply of Chemical Metrology Equipments to TÜBİTAK UME", 3M €




TÜBİTAK UME Kimya Grubu Referans Malzeme Üretim ve Sertifikalandırma Organizasyonu



TÜBİTAK



Organik Kimya
13 Arş, 12 Tekn
1 Uzm Yrd,
2 Dnş



İnorganik Kimya
5 Arş, 1 Tekn



Referans Malzemeler
6 Arş, 3 Tekn



Biyanaliz
6 Arş, 1 Tekn



Elektrokimya
2 Arş







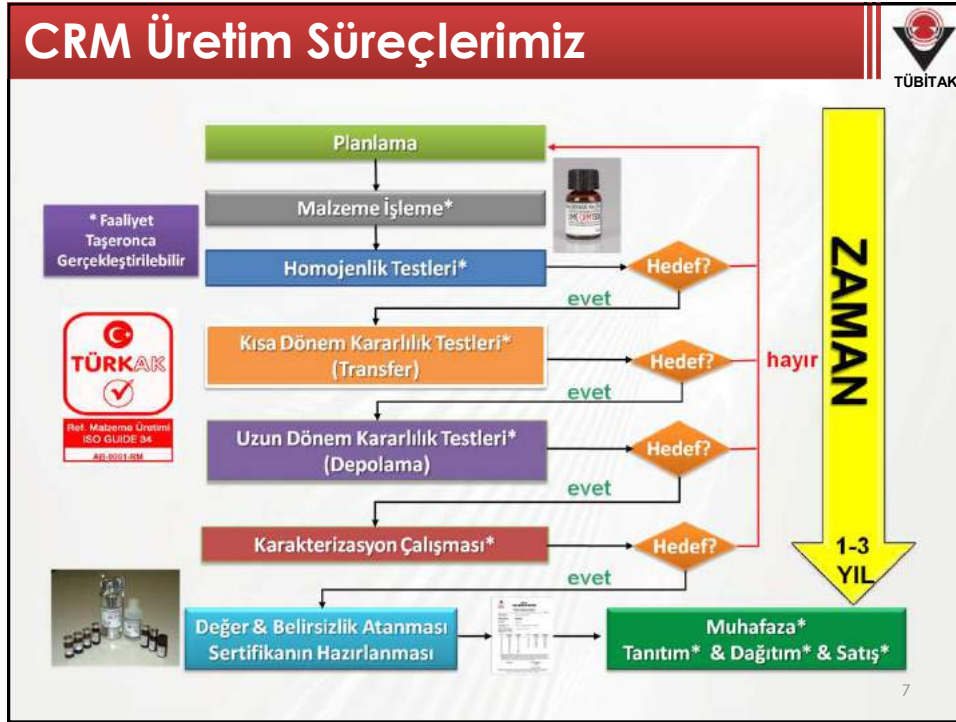












Referans Malzeme Projeleri (İç Destekli)



Tamamlanan RM Projeleri

- ✓ UME CRM 1301 Kloramfenikol
- ✓ UME CRM 1201 Kaynak Suyunda Elementler
- ✓ UME CRM 1308 Serumda Vitamin D
- ✓ UME CRM 1302 Kuru İncirde Aflatoksin
- ✓ UME CRM 1202 Fındıkta Elementler
- ✓ Ulusal Marker Etken Maddeleri
- ✓ UME CRM 1309&1310&1311&1312&1313 Karbon İzotop Oranı (Bal, Glikoz, Fruktoz, Sakkaroz)
- ✓ UME CRM 1401&1402 &1403 pH Tamponları
- ✓ UME CRM 1203-1 & 1203-2 Motorinde Kükürt
- ✓ UME CRM 1501 & 1502 Motorinde Çoklu Parametre
- ✓ UME CRM 1204 Atık Suda Elementler
- ✓ UME RM 1001 &1002 & 1003-1 & 1003-2 Et Tür tayini

Devam Eden Proje

- Hemoglobin A1c Sertifikalı Referans Malzemesi Üretimi





Klinik Ölçümler için Referans Malzemeler (Dış Destekli)



Tamamlanan Proje

□ TUBITAK ARDEP 1003 Projesi:
Yenidoğan Tarama ve Rutin Biyokimya Laboratuvarlarının Yaptıkları Amino Asit ve Organik Asit Ölçümleri için Sertifikalı Referans Malzeme ve Kalite Kontrol Materyallerinin Geliştirilmesi ve Sertifikalandırılması
(2,32 MTL,36 Ay)








Aday CRM & RM'ler:

- UME **CRM** 1314- İnsan Plazmasında 36 Amino asit
- UME **CRM** 1315- İdrarda 65 Organik asit
- Kalite Kontrol Malzemeleri (**RM'ler**) 3'er farklı seviye.




Kolemanit Referans Malzemesinin Üretimi (Dış Destekli)




Tamamlanan Proje


ETİMADEN
İŞLETMELERİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ

Dünyada önemli Bor rezervlerine sahip ülkemizde üretilen ve özellikle cam sanayinin kullanılan kolemanitin element kompozisyonu ve diğer önemli kalite parametreleri sertifikalandırılmıştır.









| Parametre | Sertifika değeri | Yöntem | Parametre | Sertifika değeri | Yöntem |
|-------------------|------------------|-------------------------------|--------------------------------|------------------|--------------------------------|
| SiO ₂ | 52,2 | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | 44,7 | Al ₂ O ₃ |
| CaO | 0,02 | SiO ₂ | Fe ₂ O ₃ | 0,10 | SiO ₂ |
| MgO | 1,30 | B ₂ O ₃ | CaF ₂ | 2,10 | CaF ₂ |
| K ₂ O | 0,01 | SiO ₂ | Na ₂ O | 0,00 | SiO ₂ |
| Li ₂ O | 0,00 | SiO ₂ | SO ₃ | 0,00 | SiO ₂ |
| ... | ... | ... | ... | ... | ... |



Kolemanit Sertifikalı Referans Malzemesi UME CRM 1205

Çevre Ölçümleri İçin Referans Malzemelerin Üretimi (Dış Destekli)



Devam Eden H2020 Projesi






EMPIR 2014 Çağrısı:
Çevresel Ölçümler için Matriks Sertifikalı Referans Malzemeler
8 AB ülkesinden 9 ortaklı, **yürütücüsü TÜBİTAK UME** (0,5 MEUR, 36 Ay)

3 Aday CRM:
Akarsuda Elementler, Toprakta Elementler, Yer altı Suyunda Organik Kirlenimler (PFOS, PFOA)





SYKE
Finlandiya

BAM
Almanya

IJS
Slovenya

IMBIH
Bosna-Hersek

Yunanistan

Polonya

Sırbistan

UME
Türkiye

EURAMET




www.envcrm.com

Adli Uygulamalar için Referans Malzeme Üretimi (Dış Destekli)



Yeni H2020 Projesi





EMPIR 2016 Çağrısı
Adli Uygulamalar için Sertifikalı Alkol Referans Malzemesi Üretimi

Proje ortakların ulusal mevzuatına uygun nefeste alkol sertifikalı referans malzemesi üretilmesi amaçlanmaktadır. Ortaya çıkacak olan ürün alkolmetrelerin nefes similatörleri ile kalibrasyonu için kullanılacaktır. Proje BAM (Almanya) yürütücülüğünde 10 ülkeden 11 katılımcı ile ortak yürütülmektedir (0,5 MEUR, 36 Ay)





Son Kullanıcı : Polis/Jandarma/Adli Tıp Kriminal Laboratuvarları
Alkolmetre Üreticileri

Proje Ortakları: BAM (Almanya), BRML (Romanya), CEM (İspanya), GUM (Polonya), IMBIH (Bosna Hersek), LNE (Fransa), MoE (DMDM-Sırbistan), EXHM/GCSL-SIM (Yunanistan), FTMC (Litvanya), UW (Polonya)

Kuru İncirde Aflatoksin Referans Malzemesi (İç Destekli)




<https://webgate.ec.europa.eu/rasff-window/portal>




Sertifikalardan Değerler ve Belirsizlik Değerleri

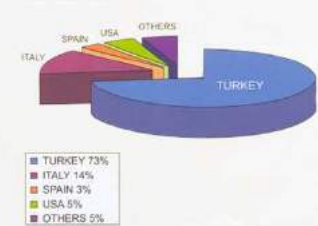

| Ölçülen Büyüklük | Kütle Kesri ^(1,2) (µg/kg) | Belirsizlik ^(2,3) (µg/kg) |
|------------------|---|---|
| AFB ₁ | 5,47 | 1,50 |
| AFB ₂ | 0,61 | 0,21 |
| AFG ₁ | 2,79 | 0,83 |
| AFG ₂ | 0,19 | 0,07 |
| Toplam AF | 8,46 | 2,07 |

(1) Sertifikalandırılan değerler TÜBİTAK UME de geliştirilmiş iç referans metodları: HPLC-FLD ve HPLC-IMS ajantlı ortalamaları hesaplanmıştır.

(2) Sertifikalandırılan değerler ve belirsizlikler Uluslararası Birimler Sistemi'ne (SI) dönüştürülmüştür.

(3) Sertifikalandırılan değerler için belirsizlik, karakterizasyon, homojenlik, uzun ve kısa dönem kararlılık bileşenlerini içermektedir ve standart belirsizliğin normal dağılım için yaklaşık % 95 güvenlilik seviyesini sağlayan $k = 2$ kapsam faktörü ile çarpılması sonucudur. Standart ölçüm belirsizliği GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" dokümanına uygun olarak belirlenmiştir.

Fındıkta Elementler Referans Malzemesi (İç Destekli)

Sertifikalardan Değerler ve Belirsizlik Değerleri

| Element | Kütle Kesri ⁽¹⁾ (mg/kg) | Belirsizlik ^(1,2) (mg/kg) | Element | Kütle Kesri ⁽¹⁾ (µg/kg) | Belirsizlik ^(1,2) (µg/kg) |
|-------------------|---------------------------------------|---|-------------------|---------------------------------------|---|
| B ⁽³⁾ | 16,0 | 2,2 | Co ⁽⁴⁾ | 6,4 | 0,9 |
| Ca ⁽⁵⁾ | 150 | 10 | Cr ⁽³⁾ | 278 | 28 |
| Cu ⁽³⁾ | 16,4 | 1,0 | | | |
| Fe ⁽³⁾ | 36,7 | 2,9 | | | |
| Mg ⁽⁶⁾ | 1540 | 150 | | | |
| Mn ⁽³⁾ | 95,3 | 6,3 | | | |
| Ni ⁽³⁾ | 1,60 | 0,17 | | | |
| Sr ⁽³⁾ | 6,68 | 0,46 | | | |
| Zn ⁽³⁾ | 20,4 | 1,8 | | | |

(1) Sertifika ve belirsizlik değerleri Uluslararası Birimler Sistemi'ne (SI) dönüştürülmüştür.

(2) Sertifikalandırılan değerler için belirsizlik, karakterizasyon, homojenlik, kararlılık bileşenlerini içermektedir ve standart belirsizliğin normal dağılım için yaklaşık % 95 güvenlilik seviyesini sağlayan $k = 2$ kapsam faktörü ile çarpılması sonucudur. Standart ölçüm belirsizliği GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" dokümanına uygun olarak belirlenmiştir.

(3) Sertifika değeri tek bir laboratuvar tarafından birimden bağımsız HR-ICP-MS ve ID-ICP-MS metodları kullanılarak belirlenmiştir.

(4) Sertifika değeri tek bir laboratuvar tarafından birimden bağımsız HR-ICP-MS ve FAMS metodları kullanılarak belirlenmiştir.



(5) Sertifika değeri tek bir laboratuvar tarafından birimden bağımsız HR-ICP-MS ve FAAS metodları kullanılarak belirlenmiştir.

(6) Sertifika değeri ID-ICP-MS yöntemi kullanılarak belirlenmiştir.

Fındıkta Elementler Referans Malzemesi Malzeme İşleme




Fındıkta Elementler Malzeme İşleme: İş Güvenliği

PV=nRT

5 Kg CO₂ + 10 Kg Fındık

↓

~ 114 mol CO₂

↓

V = ~ 2600 L (1 atm, 25 °C)

Bidon Hacmi = 60 L !

Sahte Bal Sorunu

Dünya bal üretiminden en çok pay alan beş ülke:

Türkiye bal üretiminde Çin'in ardından dünya ikinci konumunda. Türkiye ile birlikte Orta ve en fazla bal üretimiyle öne çıkan ülkelerdir. Türkiye ile en yakın rakibi olan Çin 84 bin tondan fazla bal üretirken, Türkiye ise yaklaşık 205 bin ton bal üretiyor.

| Ülke | Oran (%) |
|---------|----------|
| Çin | 30 |
| Türkiye | 7 |
| ABD | 5.35 |
| İspanya | 5.05 |
| Rusya | 4.96 |

Dünya bal üretimini yıllık 2 buçuk milyon tondan fazla.

Bal üretmek Sadece Arının Görevi mi?



HEMEN ARAYIN!

KARAKOVAN BALI

BİPAKİP : 0998 1452 53 53

HALİS MUHLİS KARAKOVAN BALI

Televizyonlarda sık sık boy gösteriyordu

0 BAL SATICISI DOLANDIRICILIKTAN GÖZALTINDA



BAKANLIK 'SAHTE BAL'CILARI TESHİR ETTİ

Sahte Bal Tespiti Ölçümleri için Referans Malzemeler (İç Destekli)



SERTİFİKALI KARBON İZOTOP REFERANS MALZEMELERİ

UME CRM 1309, UME CRM 1310, UME CRM 1311, UME CRM 1312, UME CRM 1313





| CRM | Ölçülen Büyüklük ⁽¹⁾ | Sertifikalanan Değerler ⁽¹⁾ (‰) | Belirsizlik ⁽²⁾ (‰) |
|----------------------------------|---------------------------------|--|--------------------------------|
| UME CRM 1309 Sakkaroz | $\delta^{13}C_{\text{org}}$ | -26,78 | 0,81 |
| UME CRM 1310 Glukoz | | -11,39 | 0,68 |
| UME CRM 1311 Fruktoz | | -10,97 | 0,67 |
| UME CRM 1312 Bal, Şeker Katkısız | | -24,02 | 0,68 |
| UME CRM 1313 Bal, Şeker Katkılı | | -11,75 | 0,70 |

⁽¹⁾ Sertifikalandırılan değer EA-IRMS sistemi ile karıştırmaya çalışmada kalıtım 7 laboratuvarı kabul edilmiş sonuçların ortalaması olarak belirlenmiştir. Ölçüm sonuçları, her laboratuvarın 2 buçuk tondan fazla bal üretimi için belirlenmiştir. Ölçüm sonuçları uluslararası Vienna-Pee Dee Belirli (VPDB) referans ölçümüne ulaşılabilir ve VPDB'ye binde bir görecek fark (CVDB,‰) olarak ifade edilmiştir.

⁽²⁾ Genişletilmiş belirsizlik değeri, karabitterasyon, homojenlik ve kararlılık ölçümlerini içeren standart belirsizliğin normal dağılım için yaklaşık %95 güvenlilik seviyesini sağlayacak $k = 2$ kapama faktörü ile çarpılması sonucu oluşur. Standart ölçüm belirsizliği GUM "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" dokümanına uygun olarak belirlenmiştir.

Klinik Referans Malzeme Üretimi












TÜBİTAK ARDEP 1003 Yenidoğan Projesi Kalite Kontrol Malzemeleri (12000 Ünite)

ISO Guide 34 Akreditasyon Süreci



| Hazırlanan Doküman ve Yazılımlar | |
|----------------------------------|----|
| Prosedür ve Talimat | 15 |
| Form | 13 |
| Yazılım | 3 |
| Veritabanı | 2 |

+

Mevcut Kalite El Kitabı
Revizyonu

2 PEER REVIEW (2012 & 2013)


PTB (Almanya) ve LGC (İngiltere)'den 4 Uzman Organik ve İnorganik alanında RM üretim faaliyetlerimizin ISO Guide 34'e uygunluğunu değerlendirdi

TURKAK'a Akreditasyon Başvurusu (2015 & 2016)

TÜRKAK Akreditasyon Denetimi
 2 Yurtdışı(İngiltere) 3 Yurtiçi Denetçi ile gerçekleştirildi
 Aralık 2016'da Akreditasyon alındı
 Üretilmiş 18 CRM kapsamda yer aldı

1. Gözetim Denetimi (2018)

1 Yurtdışı (Fransa) 2 Yurtiçi Denetçi ile gerçekleştirildi
 Akreditasyon devam ediyor



20

İhtiyaçlar, Hayaller ve Gerçekler

TÜBİTAK

Akreditasyon Kapsamı
İhtiyacımız & Hayalimiz ?

21

ISO Guide 34 Akreditasyon Esnek Kapsam Talebimiz

TÜBİTAK

| Matriks | Sertifikalandırılan Analit |
|--|--|
| Hayvan veya bitki kaynaklı katı biyolojik malzemeler | Elementler Organik moleküller Metot tanımlı özellikler |
| Hayvan veya bitki kaynaklı sıvı biyolojik malzemeler | Elementler Organik moleküller Metot tanımlı özellikler Fiziksel özellikler (Yoğunluk, Viskozite,..) |
| Saf maddeler ve saf madde çözeltileri | Elementler Organik moleküller |
| Su | Elementler Organik moleküller pH, İletkenlik |
| Toprak ve Cevher | Elementler Organik moleküller |

22

| ISO Guide 34 Akreditasyon Kapsamımız | | |
|---|--|---|
| Malzemeler (TÜRKAK R20-23 Ek 1'e veya ILAC G12, Appendiks B'ye göre) | Karakterize Edilen Özellik Değerleri /Parametreler | Karakterizasyon Prosedürü/Tekniği (ISO Guide 34,5.15'e göre) |
| Kloramfenikol | Safılık | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı / Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi-Diod dizisi (HPLC-PDA) Kulometrik Karl Fisher Titrasyonu (cKFT) Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometrisi (ICP-MS) Nükleer Manyetik Rezonans (qNMR) |
| Kaynak Suyu | Al, As, B, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, Sb, Sn, Sr, Zn Kütle Kesirleri | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı / Grafit Fırın Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi (GFAAS): As, Ba, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi (FAAS): Mg, Na, Zn Atomik Emisyon Spektrometrisi (AES): Al, B, Ba, Co, Cu, Fe, K, Mg, Na, Ni, P, Sr, Zn Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometrisi (ICP-MS): Al, As, B, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, Sb, Sn, Sr, Zn Endüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometrisi (ICP-OES): Al, B, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, Sr, Zn |
| https://rm.ume.tubitak.gov.tr/akr_belgesi.aspx | | https://rm.ume.tubitak.gov.tr/dosyalar/akr_kapsam |

| ISO Guide 34 Akreditasyon Kapsamımız | | |
|---|--|--|
| Malzemeler (TÜRKAK R20-23 Ek 1'e veya ILAC G12, Appendiks B'ye göre) | Karakterize Edilen Özellik Değerleri /Parametreler | Karakterizasyon Prosedürü/Tekniği (ISO Guide 34,5.15'e göre) |
| Motorin | Soğuk Filtre Tıkanma Noktası (CFPP) | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı / TS EN 116 |
| Motorin | Yoğunluk | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı / TS EN ISO 12185 |
| Motorin | Kinematik Viskozite | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı / TS 1451 EN ISO 3104 |
| Motorin | Damıtma (250 °C ve 350 °C'de Geri Kazanım %5 Geri Kazanım Sıcaklığı %10 Geri Kazanım Sıcaklığı %20 Geri Kazanım Sıcaklığı %30 Geri Kazanım Sıcaklığı %40 Geri Kazanım Sıcaklığı %50 Geri Kazanım Sıcaklığı %60 Geri Kazanım Sıcaklığı %70 Geri Kazanım Sıcaklığı %80 Geri Kazanım Sıcaklığı %90 Geri Kazanım Sıcaklığı %95 Geri Kazanım Sıcaklığı) | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı / TS EN ISO 3405 |
| https://rm.ume.tubitak.gov.tr/akr_belgesi.aspx | | https://rm.ume.tubitak.gov.tr/dosyalar/akr_kapsam |

| ISO Guide 34 Akreditasyon Kapsamımız | | |
|---|--|---|
| Malzemeler (TÜRKAK R20-23 Ek 1'e veya ILAC G12, Appendiks B'ye göre) | Karakterize Edilen Özellik Değerleri /Parametreler | Karakterizasyon Prosedürü/Tekniği (ISO Guide 34,5.15'e göre) |
| Motorin | Setan indisi | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı / TS EN ISO 4264 |
| Motorin | Parlama Noktası | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı / TS EN ISO 2719 |
| Motorin | Kükürt Kütle Kesri | Tek bir laboratuvarında birincil (Primer) metot kullanımı / Yüksek Çözünürlüklü Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometrisi (HR-ICP-MS) İzotop Seyreltme Kütle Spektrometrisi (ID-MS) |
| Atık Su | As, B, Cd, Cu, Co, Cr, Fe, Hg, Mn, Ni, V, Zn Kütle Kesirleri | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı ve/veya Tek bir laboratuvarında birincil (Primer) metot kullanımı / Grafit Fırın Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi (GFAAS): As, Co, Mn, Ni, V Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometrisi (ICP-MS): As, B, Co, Mn, Ni, V, Zn İzotop Seyreltmeli Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometrisi (ID-ICPMS): B, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Zn |

https://rm.ume.tubitak.gov.tr/akr_belgesi.aspx https://rm.ume.tubitak.gov.tr/dosyalar/akr_kapsam

| ISO Guide 34 Akreditasyon Kapsamımız | | |
|---|--|--|
| Malzemeler (TÜRKAK R20-23 Ek 1'e veya ILAC G12, Appendiks B'ye göre) | Karakterize Edilen Özellik Değerleri /Parametreler | Karakterizasyon Prosedürü/Tekniği (ISO Guide 34,5.15'e göre) |
| Referans Tampon pH Çözeltileri Sakkaroz Fruktoz Glikoz Bal (şeker katkısız) Bal (şeker katkılı) | pH | Tek bir laboratuvarında birincil (Primer) metot kullanımı / Primer (Birincil) pH Ölçümleri (Harned Cell) |
| Kuru İncir | Kararlı İzotop Oranı ¹³ C Delta değerleri | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı / Element Analizörü-İzotop Oranı Kütle Spektrometrisi (EA-IRMS) |
| Fındık | Aflatoksin B1 Aflatoksin B2 Aflatoksin G1 Aflatoksin G2 Toplam Aflatoksin Kütle Kesirleri | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı ve/veya Tek bir laboratuvarında birincil (Primer) metot kullanımı / Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografisi - Floresan Dedektör (HPLC-FLD) İzotop Seyreltmeli Sıvı Kromatografi Yüksek Çözünürlüklü Kütle Spektrometrisi (ID-LC-HRMS) |
| | B, Ca, Cd, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Sr, Zn Kütle Kesirleri | Bir veya daha fazla laboratuvarında iki veya daha fazla bağımsız referans metot kullanımı ve/veya Tek bir laboratuvarında birincil (Primer) metot kullanımı / Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi (FAAS): Ca, Mg Grafit Fırın Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi (GFAAS): Co, Mn, Ni, Sr Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometrisi (ICP-MS): B, Ca, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Sr, Zn İzotop Seyreltmeli Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometrisi (ID-ICP-MS): B, Cd, Cu, Fe, Zn |

https://rm.ume.tubitak.gov.tr/akr_belgesi.aspx https://rm.ume.tubitak.gov.tr/dosyalar/akr_kapsam

Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız

TÜBİTAK

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>

REFERANS MALZEMELER

ÜYE OL GİRİŞ

ANA SAYFA HAKKIMIZDA HİZMETLER KALİTE DESTEK

UME'nin "Liyofilize Serum" da 25-OH Vitamin D2/D3 Sertifikalı Referans Malzemesi" JCTLM Veritabanına Yüksek Servis Referans Malzeme Olarak Kabul Edilmiştir.

REFERANS MALZEMELER KATALOĞU

TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ

Referans Malzeme Arama
Özel Referans Malzeme Üretimi
Onay ve Şikayetleriniz
Satın Alma Süreci

TÜBİTAK UME Tanıtım
Haber Arşivi
Sık Sorulan Sorular
Faydalı Linkler

TÜBİTAK Gebze Yerleşkesi P.K. 54 41470 Gebze/TEK (A11) Tel: 482423195000 - 42096000

Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız

TÜBİTAK

REFERANS MALZEMELER

MALZEME ARAMA
ÜYE OL GİRİŞ

ANA SAYFA HAKKIMIZDA HİZMETLER KALİTE DESTEK

ÇEVRE

ENERJİ ve YAKIT

GIDA ve YEM

KLİNİK ve SAĞLIK

METALURJİ

GENEL KULLANIM

RM LİSTESİ

TÜM ÜRÜNLER

CRM LİSTESİ

Referans Malzeme Arama
Özel Referans Malzeme Üretimi
Onay ve Şikayetleriniz
Satın Alma Süreci

TÜBİTAK UME Tanıtım
Haber Arşivi
Sık Sorulan Sorular
Faydalı Linkler

TÜBİTAK Gebze Yerleşkesi P.K. 54 41470 Gebze/TEK (A11) Tel: 482423195000 - 42096000

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>

Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız



 **REFERANS MALZEMELER** 

[ÜYE OL](#) [GİRİŞ](#)

[ANA SAYFA](#) [HAKKIMIZDA](#) [HİZMETLER](#) [KALİTE](#) [DESTEK](#)

Ürün Kodu: Uygulama Alanı:

Malzeme Adı: Analiz:

Tanımlama: Matris:

| Ürün Kodu | Malzeme Adı | Durumu |
|-----------|-------------|--------|
| | | |



<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>

Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız



 **REFERANS MALZEMELER** 

[ÜYE OL](#) [GİRİŞ](#)

[ANA SAYFA](#) [HAKKIMIZDA](#) [HİZMETLER](#) [KALİTE](#) [DESTEK](#)

GENEL KULLANIM



| | | |
|--|--|--|
|  UME CRM 1401 Sertifikalik pH 4 tamponu |  UME CRM 1402 Sertifikalik pH 7 tamponu |  UME CRM 1403 Sertifikalik pH 10 tamponu |
|--|--|--|



<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>

Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız

REFERANS MALZEMELER

ANA SAYFA HAKKIMIZDA HİZMETLER KALİTE DESTEK

GIDA ve YEM

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>

| | | | | |
|---|---|---|--|---|
|  |  |  |  |  |
| UME CRM 1201 Kaynak Suyunda Elementler | UME CRM 1202 Fındıkta Elementler | UME CRM 1301 Kloramfenikol | UME CRM 1302 Kuru İncirde Aflatoksin | UME CRM 1309 Şekeraz |
|  |  |  |  |  |
| UME CRM 1310 Glikoz | UME CRM 1311 Früktöz | UME CRM 1312 Bal (şeker katkısız) | UME CRM 1313 Bal (şeker katkılı) | UME RM 1001 %100 Dana Eti Liyofilize Toz |

Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız

GIDA ve YEM

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>

| | | | | |
|---|---|---|--|---|
|  |  |  |  |  |
| UME RM 1002 %100 Domuz Eti Liyofilize Toz | UME RM 1003-1 Dana Eti İçinde %10 Domuz Eti Liyofilize Toz | UME RM 1003-2 Dana Eti İçinde %10 Domuz Eti Liyofilize Toz | UME RM 9002a Sığırcı Unu | UME RM 9003 Ayçiçek Yağı |
|  |  |  |  |  |
| UME RM 9004 Sığırcı Çayı | UME RM 9005 Sarımsak Çiğniği | UME RM 9006 Ayçiçek Yağı | UME RM 9007 Kıyıda Külsart Dişli | UME RM 9008 Fındıkta Aflatoksin ve Yağ |
|  |  | | | |
| UME RM 9010 Yemelik İçinde Mineral Yağ | UME RM 9011 Hayvan Yemi | | | |

Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız

REFERANS MALZEMELER

ANA SAYFA HAKKIMIZDA HİZMETLER KALİTE DESTEK

ÇEVRE

| | | | | |
|--|---|---|--|---|
|  UME CRM 1205 Sıvıya Süzülme Elementler |  UME CRM 1205-1 Motorinle Küçült |  UME CRM 1205-2 Motorinle Küçült |  UME CRM 1206 Ara Suda Elementler |  UME RM 9108 Toprakta bulunan organik madde (TOM) referansı |
|  UME RM 9112 Toprakta pH Referans Malzemesi | | | | |

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>



Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız

REFERANS MALZEMELER

ANA SAYFA HAKKIMIZDA HİZMETLER KALİTE DESTEK

KLİNİK ve SAĞLIK

| | | | | |
|---|--|---|---|--|
|  UME CRM 1305 Kloramfenikol |  UME CRM 1308 Çiftlikte yararlanma 25-hidroksil vitamin D2 ve 25-hidroksil vitamin D3 |  UME RM 9015-1 İdrarda Organik Asitler Çözümlü Serim 1 |  UME RM 9015-2 İdrarda Organik Asitler Çözümlü Serim 2 |  UME RM 9015-3 İdrarda Organik Asitler Çözümlü Serim 3 |
|  UME RM 9016-1 Farmada Ammoniyaklı Çözümlü 1 |  UME RM 9016-2 Farmada Ammoniyaklı Çözümlü 2 |  UME RM 9016-3 Farmada Ammoniyaklı Çözümlü 3 | | |

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>



Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız

REFERANS MALZEMELER

ANA SAYFA HAKKIMIZDA HİZMETLER KALİTE DESTEK

ENERJİ ve YAKIT



| | | | | |
|--|--|--|--|--|
|  UME CRM 1205-1 Motorinde Kükür |  UME CRM 1205-2 Motorinde Kükür |  UME CRM 1501 Motorinde Çekirge Parametresi |  UME CRM 1502 Motorinde Çekirge Parametresi |  UME CRM 9901b Motorinde Tozlaşma Kirişi |
|  UME CRM 9901a Dönerden Çekirge Motorinde Tozlaşma Kirişi |  UME CRM 9901c Dönerden Çekirge Motorinde Tozlaşma Kirişi | | | |

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>

Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız

REFERANS MALZEMELER

ANA SAYFA HAKKIMIZDA HİZMETLER KALİTE DESTEK

METALURJİ




 UME CRM 1205
 Kükür

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>

Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız: Satınalma

TÜBİTAK

REFERANS MALZEMELER

ANA SAYFA HAKKIMIZDA HİZMETLER KALİTE DESTEK

| | |
|-------------------|---------------------------------------|
| Malzemenin Kodu | UME CRM 1402 |
| Tanımlama | pH 7 Tamponu |
| Satış Birimi | HDPE plastik şişe |
| Net Miktar | 500 mL |
| Saklama Koşulları | (18 ± 5) °C |
| Örten Dokümanları | Sertifika Sertifikalandırma Raporu |
| Fiyat | 135 TL + KDV |

Sertifikalı pH 7 Tamponu



SEPETE EKLE

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>



Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız

TÜBİTAK

Diğer Referans Malzemelerimiz (Sertifikalı Olmayanlar)

REFERANS MALZEMELER

ANA SAYFA HAKKIMIZDA HİZMETLER KALİTE DESTEK

| | |
|-------------------|---|
| Malzemenin Kodu | UME RM 9902a |
| Tanımlama | Nem, Kül, Yağ ve Protein tayini için buğday unu |
| Satış Birimi | HDPE plastik şişe |
| Net Miktar | 150g |
| Saklama Koşulları | 4 °C |
| Örten Dokümanları | Malzeme Bilgi Formu |
| Fiyat | 220 TL + KDV |

Buğday Unu



SEPETE EKLE

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>

TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ

Referans Malzeme Bilgi Formu
Reference Material Data Sheet

Malzemenin Adı: Buğday Unu
Name of the Material: Wheat Flour

Malzemenin Kodu: UME RM 9902a
Reference Material Code

Onay Tarihi: 05/01/2017
Issue Date

Son Revizyon Tarihi: 05/01/2017 (Revizyon tavsiyesi alınmayacaktır)
Last Revision Date

Geçerlilik Süresi: Satış tarihinden itibaren 6 ay
Validity Period

Atanmış Değer: Assigned Value

| Parametre | Atanmış Değer (%) | Standart Sapma (%) | 1σ ± 2 aralığı ⁽¹⁾ |
|-----------|----------------------|---------------------|-------------------------------|
| Kül | 0,48 ⁽²⁾ | 0,04 ⁽³⁾ | 0,40 – 0,52 |
| Nem | 13,03 ⁽⁴⁾ | 0,40 ⁽⁵⁾ | 11,97 – 14,99 |
| Protein | 10,41 ⁽⁶⁾ | 0,32 ⁽⁷⁾ | 8,85 – 11,97 |
| Yağ | 1,18 ⁽⁸⁾ | 0,29 ⁽⁹⁾ | 0,94 – 1,42 |

(1) Atanmış değer yansıtılarak belirlenen belirsizlikler 11 adet laboratuvar çalışmasıyla elde edilmiştir.
(2) Yemelik test çalığına katılan 11 laboratuvar çalışmasıyla elde edilmiştir.
(3) Atanmış değer yansıtılarak belirlenen belirsizlikler 12 adet laboratuvar çalışmasıyla elde edilmiştir.
(4) Yemelik test çalığına katılan 12 laboratuvar çalışmasıyla elde edilmiştir.
(5) Atanmış değer yansıtılarak belirlenen belirsizlikler 12 adet laboratuvar çalışmasıyla elde edilmiştir.
(6) Yemelik test çalığına katılan 12 laboratuvar çalışmasıyla elde edilmiştir.
(7) Atanmış değer ve 1σ ± 2 aralığı analiz yemelik test (KAR-12585-531.2018.02) kullanılarak belirlenmiştir.
(8) Atanmış değer ve 1σ ± 2 aralığı analiz yemelik test (KAR-12585-531.2018.02) kullanılarak belirlenmiştir.
(9) Atanmış değer ve 1σ ± 2 aralığı analiz yemelik test (KAR-12585-531.2018.02) kullanılarak belirlenmiştir.

Satış Tarihi: 05/01/2017
Dr. Mustafa ÇETİNTAŞ
Erciyes Müdürü
Director



Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız





REFERANS MALZEMELER



ÜYE OL 

ANA SAYFA
HAKKIMIZDA
HİZMETLER
KALİTE
DESTEK

Özel Referans Malzeme Üretimi

TUBITAK UME Kimya Grubu, ihtiyaçlarınıza yönelik özel referans malzeme üretimi yapabilmektedir. Özel referans malzeme üretimi ile ilgili danışmak veya ihtiyaç olduğunuzu düşündüğünüz yeni referans malzemelerle ilgili görüşlerinizi iletmek için aşağıdaki mail adresinden bize ulaşabilirsiniz.

ume.rm-info@tubitak.gov.tr




<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>



Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız





REFERANS MALZEMELER



ÜYE OL 

ANA SAYFA
HAKKIMIZDA
HİZMETLER
KALİTE
DESTEK

Sık Sorulan Sorular

1) Referans Malzeme ile Sertifikalı Referans Malzemenin Farkı Nedir?
Referans Malzeme kalibrasyon, metod validasyonu, metrolojik izlenebilirlik sağlama, kalite kontrol çalışmaları (yeterlilik testi, kalite kontrol kartları) için kullanılan saf veya matris malzemelere verilen genel addır.
Referans Malzemenin Sertifikalı Referans Malzeme (CRM) olabilmesi için kullanım amacına uygun olarak homojenlik ve kararlılığının kanıtlanması ve malzemenin karakterizasyonunda geçerli kılınmış yöntemler kullanılarak atacak değerler ve belirsizlikleri için metrolojik izlenebilirliğin sağlanması gerekmektedir. CRM'ler için elde edilen tüm bu bilgiler bir sertifikaya müşteriye sunulmaktadır.
CRM'lerin atomik değerleri için metrolojik izlenebilirlik ve belirsizlik bilgileri zorunludur.
Uygulanan ölçüm yöntemi ile elde edilen sonuçların doğruluğunun kontrolü (Trueness Check) ve Metrolojik izlenebilirliğin sağlanması söz konusu ise CRM'ler kullanılmaktadır.
TUBITAK UME'nin ürettiği referans malzemeler ile sertifikalı referans malzemeleri ürün kodlarından ayırt edebilirsiniz. Sertifikalı referans malzeme, CRM kodu ile (UME CRM 1234), referans malzeme ise RM kodu ile (UME RM 1234) satışa sunulmaktadır.
TUBITAK UME tarafından üretilen CRM'ler Sertifikalı Referans Malzeme Raporu dökümanları ile sunulurken, Referans Malzeme (Sertifikasız Olanlar) Malzeme Bilgi Formu ile sunulmaktadır.

2) En yaygın Referans Malzeme/Sertifikalı Referans Malzeme (CRM) Türleri Nelerdir?
i. Kalibratör CRM'ler (saf malzemeler): Kimyasal saf ve/veya eser miktarda safsızlık için karakterize edilmişlerdir. Kalibrasyon amaçlı kullanılırlar.
ii. Standart Çözeltiler ve Gaz karışımları: Saf malzemelerden ağırlıkça karıştırma ile elde edilmişlerdir. Kalibrasyon amaçlı kullanılırlar.
iii. Matris CRM'ler (numune içinde analit): Majör, Minör ve/veya Eser miktardaki kimyasal içerik için karakterize edilmişlerdir. İçerikle sahip matristen, matrisle içerik ilavesi ile veya sentetik karışım ile matrisin bonzarinin eldesi yoluyla hazırlanırlar. Metod geliştirme,validasyon ve kalite kontrol amaçlı kullanılırlar.
iv. Fiziko-Kimyasal CRM'ler: Erime noktası, viskozite ve yoğunluk gibi özellikler için karakterize edilmişlerdir.
v. Referans Objeler veya İnsan Yapısı Malzemeler: Tat, kokulu, oktan sayısız, parlama noktası, sertlik gibi fonksiyonel özellikler için karakterize edilmişlerdir.
Fiber tipi ve mikrobiyolojik itisallikler için karakterize edilmiş mikroskop örnekleri de bu gruba girmektedir.

3) Doğru Referans Malzeme Seçebilmek İçin Nelere Dikkat Etmek Gerekir?
Malzemenin tanımlanmış kullanım amacı net belirlenmelidir.
Kalibrasyon (Saf malzemeler veya çözeltiler) veya ölçümün tüm süreçlerinin Kalite Kontrolü (Matris malzemeler) amaçlı kullanımı göz önünde bulundurulmalıdır.

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>



Yeni Referans Malzemeler Web Sayfamız





REFERANS MALZEMELER



ÜYE OL 

ANA SAYFA
HAKKIMIZDA
HİZMETLER
KALİTE
DESTEK

Faydalı Linkler

COMAR
www.comar.bam.de

AOAC Technical Division on Reference Materials
<http://tdrmdb.aoac.org/>

GeoReM – Geological and Environmental Reference Materials
<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>

JCTLM - Database for Laboratory medicine and in vitro diagnostics
<http://www.bipm.org/jctlm/>

BIPM-Key comparison database –Metroloji Enstitüleri ve Atanmış Enstitülerin Ölçüm Kapiliyetleri Veritabanı
<http://kcdb.bipm.org/>

NIST –National Institute of Standards and Technology
<https://www.nist.gov/srm>

EC-JRC European Commission- Joint Research Center
<https://crm.jrc.ec.europa.eu/>

MUKİT- Measurement Uncertainty Kit –Belirsizlik Hesaplaması (Yukarıdan Aşağı Yaklaşımı ile)çin bir Yazılım
[http://www.syke.fi/en-US/Services/Quality and laboratory services/Calibration services and contract laboratory/MUKİT Measurement Uncertainty Kit](http://www.syke.fi/en-US/Services/Quality%20and%20laboratory%20services/Calibration%20services%20and%20contract%20laboratory/MUKIT%20Measurement%20Uncertainty%20Kit)

<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/>



Diğer Hizmetlerimiz



Üretim Hizmetleri

| Kod | Hizmet |
|-----------|--|
| G3RM-1104 | Homojenizasyon (katı toz malzemeler için 1 seferde maksimum 250 kg/250 Litre) |
| G3RM-1105 | Liyofilizasyon (Toplam maksimum 3.9 m ² raf yüzey alanı ve 40 kg buz tutma kapasitesi) |
| G3RM-9900 | Özel Üretim / Sıvı-Katı Dolu / Şişeleme - Ampülleme / Öğütme / Eleme |









Eğitim Hizmetleri

| Kod | Hizmet |
|----------|---|
| G3RM-010 | Metot Validasyonu Eğitimi (2 gün) |
| G3RM-020 | Kimyasal Ölçümlerde Belirsizlik Hesaplanması Eğitimi (3 gün) |
| G3RM-030 | ISO 17034 Referans Malzeme Üretici Yetkinliği için Teknik Gereklilikler Eğitimi (2 gün) |
| G3RM-040 | Referans Malzemelerin Seçimi ve Doğru Kullanımı Eğitimi (2 gün) |




42

Yeterlilik Testi Hizmetlerimiz





https://online.ume.tubitak.gov.tr/ists/kbys.ehk?p_hizmet_tur



| # | Hizmet Kodu | Yeterlilik Testi Adı |
|----|--------------|--|
| 1 | KAR-G3RM-120 | Atıksuda KOI Tayini |
| 2 | KAR-G3RM-121 | Atık Suda pH |
| 3 | KAR-G3RM-122 | Atık Suda İletkenlik |
| 4 | KAR-G3RM-130 | Atık Suda Element (As, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, Zn) Tayini |
| 5 | KAR-G3RM-140 | İçme Suyunda Anyon (bromür, bromat, florür, fosfat, klorür, nitrat, nitrit ve sülfat) Tayini |
| 6 | KAR-G3RM-150 | İçme Suyunda Element (Al, As, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, Sb, Zn Ag, B, Ba, Se) Tayini |
| 7 | KAR-G3RM-160 | Suda Katyon (kalsiyum, lityum, magnezyum, sodyum, potasyum, amonyum) Tayini |
| 8 | KAR-G3RM-170 | Suda PAH Tayini |
| 9 | KAR-G3RM-190 | Suda pH Tayini |
| 10 | KAR-G3RM-200 | Suda İletkenlik Tayini |
| 11 | KAR-G3RM-210 | Suda Askıda Katı Madde Tayini |
| 12 | KAR-G3RM-220 | Suda Toplam Alkalinite Tayini |
| 13 | KAR-G3RM-230 | Suda Bulanıklık Tayini |
| 14 | KAR-G3RM-240 | Suda Renk Tayini |
| 15 | KAR-G3RM-250 | Suda TOC Tayini |
| 16 | KAR-G3RM-400 | Toprakta pH Tayini |
| 17 | KAR-G3RM-410 | Toprakta İletkenlik Tayini |
| 18 | KAR-G3RM-420 | Toprakta Element (Al, As, B, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Sb, V, Zn) Tayini |
| 19 | KAR-G3RM-430 | Toprakta Toplam Organik Madde ve Kireç Tayini |
| 20 | KAR-G3RM-460 | Gübrede Toplam Azot Tayini |

Yeterlilik Testi Hizmetlerimiz





https://online.ume.tubitak.gov.tr/ists/kbys.ehk?p_hizmet_tur



| # | Hizmet Kodu | Yeterlilik Testi Adı |
|----|--------------|---|
| 1 | KAR-G3RM-500 | Buğday Ununda Nem, Kül, Yağ, Protein ve Sedimentasyon İndeksi Tayini |
| 2 | KAR-G3RM-501 | Ekmekte Tuz Tayini |
| 3 | KAR-G3RM-502 | Yemlik Tuzda İyot Tayini |
| 4 | KAR-G3RM-511 | Fındıkta Aflatoksin ve Toplam Yağ Tayini |
| 5 | KAR-G3RM-520 | Ketçapta Benzoat, Benzoik Asit, Sorbat ve Sorbic Asit Tayini |
| 6 | KAR-G3RM-530 | Salçada Element (Cd, Cu, Fe, Pb, Zn, Sn) Tayini |
| 7 | KAR-G3RM-540 | Ayçiçek Yağında Yağ Asitleri Kompozisyonu Tayini |
| 8 | KAR-G3RM-550 | Ayçiçek Yağında Kırılma İndisi, Peroksit Sayısı ve İyot Sayısı Tayini |
| 9 | KAR-G3RM-551 | Yemlik Yağda Mineral Yağ Aranması |
| 10 | KAR-G3RM-571 | Çayda Toplam Kül, Rutubet, Ham Selüloz, Su Ekstraktı, Kuru Madde, Toplam Toz Çay, Çözünen Kül, Suda Çözünen Külde Alkalilik, Kafein ve HCl'de Çözünmeyen Kül Tayini |
| 11 | KAR-G3RM-580 | Balda HMF, Glikoz, Fruktoz, Sakkaroz, Diastaz Sayısı, Serbest Asitlik, Nem ve Suda Çözünmeyen Katı Madde Tayini |
| 12 | KAR-G3RM-590 | Balda δ - ¹³ C İzotop Tayini |
| 13 | KAR-G3RM-600 | Kuru Kayısıda Kükürt Dioksit (SO ₂) Tayini |
| 14 | KAR-G3RM-610 | Alkolsüz İçeceklerde Asetülfam K, Benzoik Asit, Kafein ve Aspartam Tayini |
| 15 | KAR-G3RM-620 | Alkollü İçeceklerde Metanol Tayini |
| 16 | KAR-G3RM-630 | Meyve Suyunda pH Tayini |
| 17 | KAR-G3RM-640 | Sütte pH Tayini |
| 18 | KAR-G3RM-650 | Ette Tür Tayini |
| 19 | KAR-G3RM-700 | Hayvan Yemlerinde Nem, Protein, Yağ ve Ham Selüloz Tayini |

44

Yeterlilik Testi Hizmetlerimiz



https://online.ume.tubitak.gov.tr/ists/kbys.ehk?p_hizmet_turu=



| # | Hizmet Kodu | Yeterlilik Testi Adı |
|---|---------------|---|
| 1 | KAR-G3RM-1000 | Motorin |
| 2 | KAR-G3RM-1010 | Benzin |
| 3 | KAR-G3RM-1020 | Fuel Oil |
| 4 | KAR-G3RM-1030 | Jet A1 |
| 5 | KAR-G3RM-1060 | Kömürde Nem, Ucucu Madde, Kül, Toplam Kükürt, Alt Isı Değeri ve Üst Isı Değeri Tayini |



| # | Hizmet Kodu | Yeterlilik Testi Adı |
|---|--------------|-----------------------------|
| 1 | KAR-G3RM-310 | Kanda Hemoglobin A1C Tayini |

45

Çalıştay Duyurusu







16 MAYIS 2018
10:00 - 16:40
TÜBİTAK UME
Konferans Salonu

KATILMAK İÇİN
<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/calistay>

REFERANS MALZEMELER ÇALIŞTAYI
TEMA: ÇEVRE

EMPIR Call 2014-14-RPT-03-ENVCRM
www.envcrm.com

BAM **İMİBİM** **SYKE** **IJS**

www.ume.tubitak.gov.tr



KATILMAK

İÇİN



<https://rm.ume.tubitak.gov.tr/calistay>



REFERANS MALZEMELER ÇALIŞTAYI
TEMA: ÇEVRE

46

Teşekkür

TÜBİTAK UME
Kimya Grubu,
Kalite Grubu,
Arge Destek ve Bilgi Sistemleri,
Kurumsal Gelişim Birimi

The EC-JRC Geel (Belçika) (IRMM)
EMIT Projesi Personeli

TÜBİTAK MAM Gıda Enstitüsü
Hayrettin ÖZER, Imge OKTAY

PENDİK VETERİNER KONTROL Enstitüsü
Ayhan BAKLAN

ULAG Organizasyon Komitesi

**REFERANS
MALZEME
İÇİN
REFERANS
MERKEZ**

**TÜBİTAK
UME**

TÜRKİYE'nin **İLK ve TEK** AKREDİTE REFERANS MALZEME ÜRETİCİSİ

Sorular ?

**ÖLÇÜMLE
DEĞİŞİME..**

**ÖLÇÜMÜÇİN
DOĞRUMERKEZ**

**TÜBİTAK
UME**

«DENETÇİ HARMONİZASYONU Projesi»

Neşe Güneş

TURKLAB Yönetim Kurulu Başkan Yardımcısı

26 Nisan 2018



TURKLAB

TURKLAB, Kalibrasyon ve Deney Laboratuvarları Derneği, Türkiye’de özel ve kamu sektöründe hizmet sunan tüm laboratuvarların tepe örgütü olma amacıyla 2004 yılında kurulmuştur.

www.turklab.org

TURKLAB

Uluslararası platformlarda ülkemizi temsil eden derneğimiz, kurulduğu yıl içerisinde 26 Ekim 2004 tarihinde EUROLAB (Avrupa Laboratuvarlar Federasyonu) üyesi olmuştur.

www.eurolab.org

TURKLAB

TURKLAB, EUROLAB Yönetim Kurulunda ve sektör çalışmalarında aktif olarak görev almaktadır.

TURKLAB

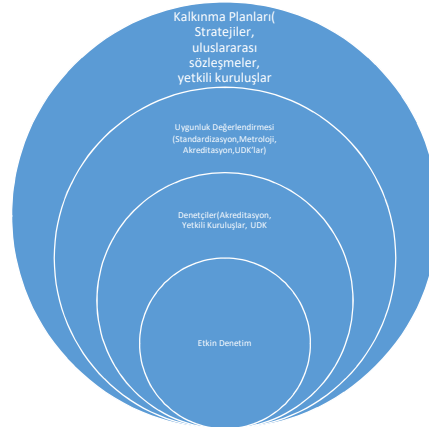
Ülkemiz yasal yetkilileri karşısında sorumlu muhatap kuruluş olarak çeşitli bakanlıklar ve kamu kuruluşları nezdinde sektörümüzün her türlü hak ve menfaatlerinin korunması ve geliştirilmesi derneğimizin temel amacıdır.

TURKLAB

Derneğimiz, Türkiye’de uygunluk değerlendirmesi sektöründe hizmet sunan tüm kuruluşları çatısı altında buluşturmayı hedefleyen ulusal nitelikli bir yapıdadır.

EUROLAB ile ilişkiler ve yeni gelişmeler

- TCQA komitesi tarafından Avrupa seviyesinde “Denetçi Harmonizasyonu” projesi başlatılmıştır. Projenin hedefi denetçilerin harmonizasyonunu sağlamaktır, proje lideri TURKLAB’dır
- TURKLAB, EUROLAB’ı temsilen Avrupa Akreditasyon Birliği(EA) Laboratuvar Komitesinde(LC) üye olarak temsil edilmektedir.
- TCQA (Kalite Güvence Teknik Komite) Başkan Yardımcılığına TURKLAB’ı temsilen Sayın Dr. Ömer Güzel tarafından devam ettirilmektedir.



«Geleceğin Dünyasına Laboratuvarlar Yön Veriyor»

PROJENİN AMACI

- Katma değerli gerçekleşen denetimlerin artırılması,
- Yetkili kuruluş(bakanlıklar) denetimler ve akreditasyon denetimlerde dil birlikteliğinin sağlanması dolayısı ile mükerrer denetimlerin azaltılması,
- Denetçiye göre değişen yaklaşımların ortadan kaldırılması,
- Denetimlerin etkin ve verimli yapılması,
- Denetim kapsamının denetçiye göre değişmemesinin sağlanması,
- Risk bazlı yapılacak denetimlerle potansiyel hataların tespit edilmesi ve başarısızlık maliyetlerinin azaltılması,
- Bu prensipler doğrultusunda UDK çalışanlarının eğitilmesi
- Denetim sürecinde denetleyen ve denetlenen aynı dili konuşabilir olmalarının sağlanması

İlgili Dokümanlar

- R10.03:2015 Akreditasyon Faaliyetlerinde Yer Alacak Denetçi ve Teknik Uzmanların Nitelendirilmesi Kriterleri
- TS ISO 10015:2012 Kalite Yönetimi Eğitim İçin Kılavuz
- TS EN ISO 19011:2012 Yönetim Sistemleri Tetkik Kılavuzu
- TS ISO 10019:2007 Guidelines for the selection of quality management systems consultants and use of their services
- ILAC-G3:08/12:2012 Guidelines for Training Courses for Assessors Used by Accreditation Bodies
- ILAC-G11:07/12:2012 Guidelines on Qualification and Competence of Assessors and Technical Experts

İlgili Dokümanlar

- P602 TÜRKAK Adına Kurs Veren Eğitimcilerin Seçilmesi, Görevlendirilmesi ve Eğitimi Prosedürü
- P603 Akreditasyon Denetçilerinin Eğitimi Prosedürü
- P604 Akreditasyon Sürecinde Yer Alan Personelin Nitelendirilmesi ve Denetçi / Teknik Uzman Havuzunun Oluşturulması Prosedürü
- P605 Akreditasyon Sürecinde Görev Alan Personelin Performans İzleme ve Değerlendirme Prosedürü

İlgili Dokümanlar

- [L604-003](#) WADA (Dünya Anti-Doping Ajansı) ile İlgili Akreditasyon Sürecindeki Fonksiyonlar için Gerekli Kriterler
- [L604-004](#) CEN/TS 15675 Sabit Kaynak Emisyonlarının Ölçülmesi - EN ISO/IEC 17025: 2005'in Dönemsel Ölçme İşlemlerine Uygulanması ve BS EN 15259 Hava Kalitesi - Sabit Kaynak Emisyonlarının Ölçümü - Ölçme Bölgeleri ve Yerleri ile Ölçümün Amacı, Planı ve Raporlanması için Gereklere İlgili Akreditasyon Sürecindeki Fonksiyonlar için Kriterler
- [L604-005](#) Tıbbi Laboratuvarlar ile İlgili Akreditasyon Sürecindeki Fonksiyonlar için Gerekli Kriterler
- [L604-006](#) Kimya Alanında Faaliyet Gösteren Laboratuvarlar ile İlgili Akreditasyon Sürecindeki Fonksiyonlar için Gerekli Kriterler
- [L604-007](#) Gıda Alanında Faaliyet Gösteren Laboratuvarlar ile İlgili Akreditasyon Sürecindeki Fonksiyonlar için Gerekli Kriterler
- [L604-008](#) Elektrik Alanında Faaliyet Gösteren Laboratuvarlar ile İlgili Akreditasyon Sürecindeki Fonksiyonlar için Gerekli Kriterler
- [L604-009](#) Çevre Alanında Faaliyet Gösteren Laboratuvarlar ile İlgili Akreditasyon Sürecindeki Fonksiyonlar için Gerekli Kriterler

Deney ve Kalibrasyon (Uygunluk Değerlendirme) Kuruluşlarının Denetimlerde Yaşadığı Sorunlar,

- Akreditasyon kapsam dışı test ve metodların denetim kapsamına alınması,
- Uygunluk ve uygunsuzluklar konusunda denetçiler arasındaki farklı değerlendirmelerin olması,
- Değerlendirmeler, standartlara göre değil denetçi tecrübesine gerçekleştiriliyor olması,
- Denetçiler, denetlenen laboratuvarın kültürüne göre değil, denetim yaptığı diğer laboratuvarların kültürüne göre denetlenmesi,

Deney ve Kalibrasyon (Uygunluk Deęerlendirme) Kuruluşlarının Denetimlerde Yaşadığı Sorunlar,

- Akreditasyon denetimlerinde Bakanlık denetim kriterlerinin sorgulanması
- Akreditasyon standardında bulunmayan hususlarda denetçi tarafından şahsi talep olarak ısrar edilmesi
- Laboratuvarın bilgi birikimi ve know how nitelięindeki bazı doküman ve tabloların denetçi tarafından basılı kopyalarının istenmesi ve ısrarcı olunması

Akreditasyon Kuruluşunun Denetimlerde Yaşadığı Sorunlar,

- Metod Validasyonu konusunda hatalı uygulamalar,
- Laboratuvar Teknik Personelinin yetkinlik ve yeterlilik problemleri,
- Ölçüm belirsizlięi konusunda uygulama birlięi olmaması,
- Raporlamalarda yapılan yanlışlıkların olması,
- Geçerlilięi olmayan metotların kullanılması,
- Kayıtlarda yapılan yanlışlıkların olması,
- Kalibrasyon sertifikalarının zaman aşımına uğramış olması,
- Dış kalite kontrol programlarına yeterli katılım sağlanmaması
- İç ve dış kalite kontrol çalışmalarının doğru biçimde deęerlendirilememesi

• TÜRKAĞ – TURKLAB DENETÇİ HARMONİZASYONU PROJE PROTOKOLU

Proje Adımları

- Denetçi geliştirilmesine yönelik TÜRKAĞ dokümanlarının incelenmesi
- Yeni ihtiyaçlar doğrultusunda hazırlanacak eğitim modüllerinin tespit edilmesi
- UDK' lara yönelik ISO/IEC 17025 revizyon eğitimlerinin düzenlenmesi
- Cookbooks uygulama eğitimleri
- TÜRKAĞ denetçilerine yönelik ISO/IEC 17025 revizyon eğitimleri düzenlenmesi ve TÜRKLAB'ın UDK' lara yönelik eğitim içeriđine görüş bildirilmesi

Proje Adımları

- R10.03:2015 Akreditasyon Faaliyetlerinde Yer Alacak Denetçi ve Teknik Uzmanların Nitelendirilmesi Kriterleri” TÜRKAK Rehberinin “ILAC-G11:07/12:2012 Guidelines on Qualification and Competence of Assessors and Technical Experts” ILAC rehber dokümanına göre gözden geçirilmesi ve iyileştirme önerilerinin getirilmesi

Proje Adımları

- Denetçi seçme kriterlerinin gözden geçirilmesi ve iyileştirilmesi
- Denetçi yetkinlik deęerlendirme metodolojilerinin iyileştirilmesi
- Sürekli gelişim metodolojilerinin tespit edilmesi
- Performans takip sisteminin analiz edilmesi ve iyileştirilme önerilerinin getirilmesi
- Çıkar çatışması, gizlilik ve doğruluk deęerlendirme sisteminin güçlendirilmesi için önerilerin oluşturulması

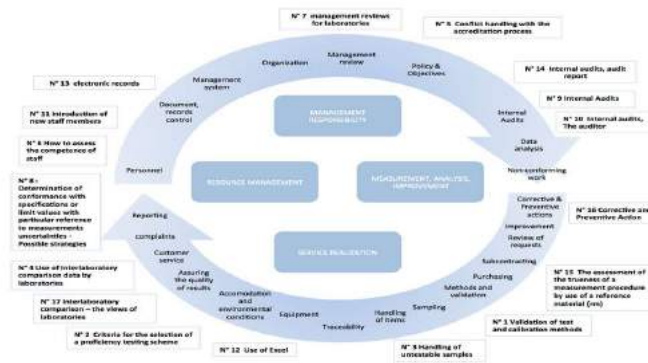
Proje Adımları

- Denetimler sırasında denetçilerden kaynaklanabilecek problemlerin tespit metodolojisinin tanımlanması,
- Denetçilerden kaynaklı sorunların netleştirilmesi ve 80/20 kuralına göre analiz edilmesi
- Proje çıktılarına göre bir sonuç raporu oluşturulması ve paydaşlarla paylaşılması

“Denetçi Harmonizasyonu” Projesi

- İyi uygulama örneği olarak EUROLAB Almanya Sunumu [ANDREAS KINZEL.pdf](#)

<http://www.eurolab.org/cookbooks.aspx>



eurolab aisbl
European Federation of National Associations of
Measurement, Testing and Analytical Laboratories

turklab
Kalibrasyon ve Deneysel Laboratuvarlar Derneği

Coobooks;

- EUROLAB TCQA (Kalite Güvence Teknik Komite) yürüttüğü «Eurolab Cookbooks» revizyon çalışmalarında TURKLAB görev almaktadır. Revizyonlar tamamlanmış olup EUROLAB web adresinden ulaşılabilir.

eurolab aisbl
European Federation of National Associations of
Measurement, Testing and Analytical Laboratories

turklab
Kalibrasyon ve Deneysel Laboratuvarlar Derneği

Accreditation auditing topics

<http://isotc.iso.org/livelink/livelink/fetch/2000/2122/138402/138403/4298140/customview.html?func=ll&objId=4298140&objAction=browse&sort=name>

[Introduction to the Accreditation Auditing Practices Group](#)
[The witnessing of CAB audits by an accreditation body](#)
["Process Approach" based accreditation audits](#)
[Auditor Code of Conduct and Ethics](#)
[Criteria for Competence of AB Assessors and Assessment Teams](#)
[Auditing Accreditation Scopes](#)
[Auditing the CAB Impartiality Committee](#)
[Auditing Certification Body management systems based on ISO 9001:2000 \(Option 1\) from clause 10 of ISO/IEC 17021\)](#)
[Deployment of the Expected Outcomes Documents](#)
[Control of CABs' foreign or remote locations](#)
[The conduct of integrated assessments of a CAB operating more than one MS certification scheme](#)
[Possible indicators of CAB Performance](#)
[Good practices for AB's and CAB's in the Transition to ISO 9001:2015](#)

Genel Yaklaşım

- [Adding value](#)
- [Code of Conduct and Ethics](#)
- [Cultural Aspects](#)
- [Expected Outcomes](#)
- [Impartiality](#)
- [Technical Experts](#)

Denetim Unsurları

[Audit Reports](#)

- [Audit Trail](#)
- [Added Value Audits versus Consultancy](#)
- [Checklist](#)
- [Deal with consultants](#)
- [Demonstrate conformity to the standard](#)
- [Effectiveness](#)
- [Electronic documented information systems](#)
- [Evidence collection](#)
- [Nonconformity – Documenting](#)
- [Nonconformity – Review and closing](#)

Denetçi Harmonizasyonu Yol Haritası

- TÜRKAK Denetçi Harmonizasyonu Temel Prensiplerinin Belirlenmesi,
- TÜRKAK ve Uygunluk Deđerlendirme Kuruluşlarının Yaşadığı Problemler,
- Prensiplerin ve Problemlerin Harmonizasyonu,
- Yeni Gelişmelerin Adaptasyonu,
- Denetçilerin Deđerlendirme ve İzlenmesi Sistemi
- Denetçilerin Sürekli İzlenmesi ve Deđerlendirme Sistemi,

Denetçi Yeterliliđi

- Akreditasyon Sistemine özgü bilgi ve beceriler
- Kuruluřa/Sektöre özgü bilgi ve beceriler
- Kiřisel öz nitelikler
 - Eđitim
 - Bilgi
 - Beceriler
 - İř becerileri
- Yeterliliđin sürdürülmesi ve iyileřtirilmesi

Temel Prensipler

- Denetçilerin Niteliklerinin/Kalifikasyonlarının Belirlenmesi,
- Denetçi Eđitimlerinin İçeriđinin Belirlenmesi,
- Denetçi Atama Kriterlerinin Belirlenmesi,
- Periyodik Eđitimlerin Tespiti ve İçeriđinin Belirlenmesi,
- Denetçilerin İzlenmesi Kriterlerinin Belirlenmesi,

EUROLAB a.i.s.b.l ve EA seviyesi

- «Denetçi Harmonizasyon Projesi» AB 'den Uluslar Arası seviyesine genişlemiştir.
- Denetimlerde yaşanan problemlerin EUROLAB Platformunda paylaşılması,
- Denetimler için «Temel Prensiplerin» EUROLAB Platformunda paylaşılması,
- Paylaşılan bilgiler çerçevesinde EUROLAB TCQA görüş raporunun hazırlanması,
- Hazırlanan raporun EA ve Ulusal Akreditasyon kuruluşları ile paylaşılması,

ISO-IAF Rehberleri(Auditing Practices Group)

- Risk bazlı yaklaşım,
- Katma değerli denetim,
- İyileştirme faaliyetlerinin denetimi,
- Proses yaklaşımı ile denetim metodolojisi,
- Politika, hedefler ve yönetim gözden geçirmesi faaliyetlerinin denetimi,
- Üst yönetimin denetimi,

ILAC LC 2017 – Survey on harmonization and consistency of Accreditation

- Dünya çapında 17 ülkede 300 anket verisi alınmış, 65 anket Türkiye'den İLAC'a gönderilmiştir.
- TURKLAB ve TÜRKAĞ'dan akredite kuruluşlar ankete ülkemiz adına katkı sağlamıştır.

ILAC LC 2017 – Survey on harmonization and consistency of Accreditation

- 5.2 How satisfied are your organization with the following aspects?
- Scale from 1 (very dissatisfied) to 5 (very satisfied); N.O. - No opinion
 - Assessment process
 - Quality of Assessors
 - Quality of training of Assessors
 - Quality of national interpretation guides
 - Promotion of Accreditation by the AB
 - Accreditation complaints procedure
 - How your AB understood your business needs T
 - he way your AB staff were easy to make contact with
 - How your AB handled extension to scope requests promptly T
 - he reporting of Assessment
 - The completion of Assessment

Teşekkür ederim.

3. GÜN

SUNUMLAR



Güvenli Laboratuvar Tasarımı



İclal YÜKSEL

TÜBİTAK UME
27 Nisan 2018

Sunum İçeriği



- Laboratuvar Tasarım Bileşenleri
- Laboratuvar Zemini
- Laboratuvar Tavanı ve Duvarları
- Laboratuvar Kapıları
- Laboratuvar Tezgahları
- Laboratuvar Lavaboları
- Çeker Ocaklar
- Biyogüvenlik Kabinleri
- Tehlikeli Kimyasal Muhafaza Kabinleri
- Laboratuvar Havalandırma Sistemleri
- Laboratuvar Güvenlik Sistemleri
- Doğal Afet Önlemleri

2

Laboratuvar Tasarım Ekibi



- Mimar
- İnşaat Mühendisi
- Makine Mühendisi/Teknisyen
- Elektrik Mühendisi/Teknisyen
- Laboratuvar Yöneticisi/Personel
- Otomasyon
- İSG Profesyoneli



3

Laboratuvarda Afet Önlemleri ve Yerleşim

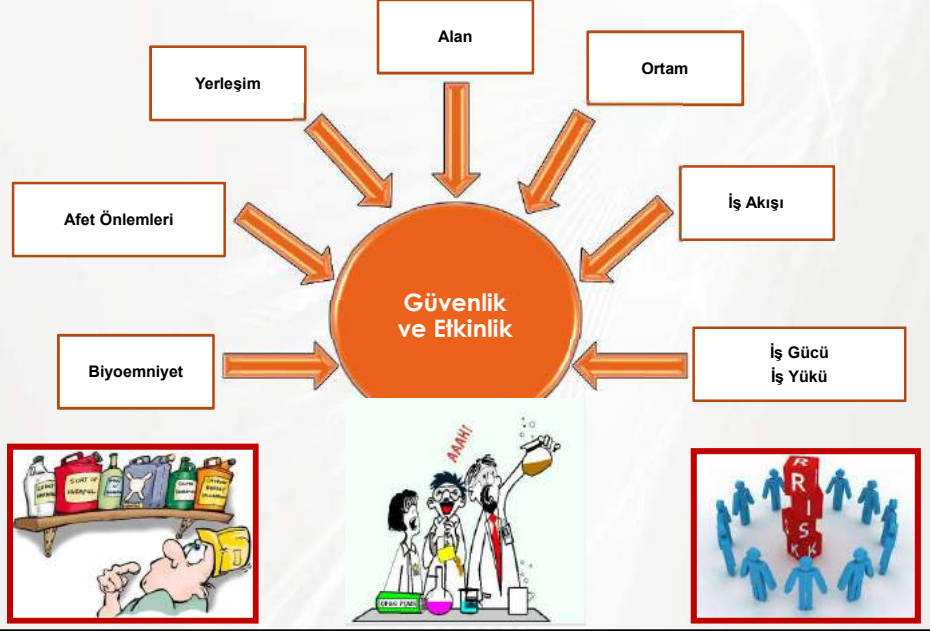


- ❖ Laboratuvarlar doğal afetlerden etkilenmeyecek şekilde konumlandırılmalıdır ve yapılmalıdır
- ❖ Laboratuvarın kurulum alanı heyelan ve su baskını riski düşük olmalıdır
- ❖ Laboratuvar depreme dayanıklı alana kurulmalıdır



4

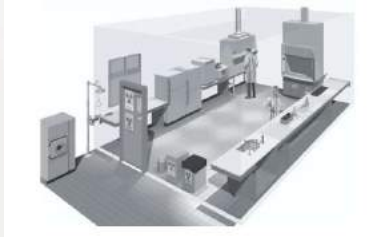
Laboratuvar Tasarım Bileşenleri



Laboratuvar Tasarımı



- ❖ Temel parametreler
- ❖ Havalandırma
- ❖ Çeker ocaklar
- ❖ Biyogüvenlik kabinleri
- ❖ Laboratuvar ve salon kapıları
- ❖ Laboratuvar kapı / giriş tabela
- ❖ Duvarlar ve tavanlar
- ❖ Taban döşemeleri
- ❖ Su tesisatı
- ❖ Acil sızıntı suyu
- ❖ Medikal ve veterinerlik gazı sistemleri
- ❖ Sıkıştırılmış gaz sistemleri
- ❖ Lab mobilya ve mefruşat
- ❖ Kimyasal depolama
- ❖ Elektrik sorunları
- ❖ Dondurucular
- ❖ Karanlık odaları
- ❖ Doku / hücre kültürü odaları
- ❖ Koridorlar
- ❖ Raflar
- ❖ Atık toplama ve depolama alanları



Laboratuvar Tasarımı (Genel)



- Laboratuvar çalışanlarına yönelik ofis ve/veya dinlenme alanları sağlanmalıdır.
- Ofis alanları laboratuvarlardan ayrı planlanmalıdır ve kesin sınırlarla ayrılmalıdır. Uzman ve teknisyen ofisleri laboratuvarlara yakın olmalıdır.
- Ofis alanları için mümkünse binanın veya katın ana girişine yakın bir bölge seçilmelidir.
- Hava akım yönü temizden kirliye doğru olmalıdır.
- Laboratuvarlarda kayıt ve not almak için ıslak çalışma tezgahlarından farklı alanlar olmalıdır.
- Laboratuvarlarda çalışma tezgahlarının yerleri planlanırken, kimyasal muhafaza dolapları, çeker ocaklar, laminar akış kabinleri, biyogüvenlik kabinleri, buzdolapları ve derin dondurucular için gerekli alanlar göz önünde bulundurulmalıdır.
- Çeker ocaklar için havalandırma kanalları unutulmamalıdır.
- Tavan yüksekliği en az 300 cm olmalıdır. Tavana asılı havalandırma kanalları olduğu takdirde bu yükseklik artırılmalıdır.
- Koridor genişliği en az 150 cm olmalıdır.
- Pencere tezgahlardan 30 cm yükseklikte olmalıdır.



Laboratuvar Tasarımı (Genel)



- Pencere tercihen açılmayan tipte olmalıdır veya açılır tipte ise sineklik bulunmalıdır.
- Laboratuvar çalışacak her kişi için en azından ekipmanların yerleştirilmediği 150 cm laboratuvar tezgahı sağlanmalıdır.
- Cam malzemelerin yıkanması amacı ile merkezi yıkama alanlarının oluşturulması tercih edilmelidir. Cam malzemenin yıkanacağı lavaboların derinliği ve muslukların yüksekliği yeterli olmalıdır.
- Laboratuvar ısıtılmış hava yerine kalorifer sistemi ile ısıtılacak ise kalorifer peteklerinin tezgah altlarında kalmayacak şekilde yerleştirilmesi önemlidir.
- Bir kişinin çalışma sırasında çevresinde en az 1,5 metre çapında bir alan olmalıdır (~1,8 m²).
- Tek kişinin çalışacağı bir banko için yaklaşık 2 m²'lik alan olmalıdır. Hesaplama bankonun uzunluğu 120 cm, genişliği 75 cm olarak kabul edilmiştir.
- Çalışana en az 1 m²'lik alan bırakılmalıdır.
- Laboratuvar içindeki tehlikelere ve uyulması gerekli kurallara yönelik 11/09/2013 tarih ve 28762 sayılı Sağlık ve Güvenlik İşaretleri Yönetmeliğe uygun işaretler yerleştirilmelidir.



8

Laboratuvar Zemini



- Laboratuvar zemini kolayca temizlenebilir malzemeden yapılmalıdır.
- Laboratuvar zemininde kullanılan materyal kimyasal dayanımı yüksek olmalı ve mümkün olduğunca az parçadan oluşmalıdır.
- Zeminin duvarlar ile birleştiği kısımlar iç bükey olmalıdır.
- Zemin materyali duvar üzerinde 100 cm yükseltilmelidir. Bu yükseklik kimyasal madde muhafaza edilen alanlarda 150 cm olmalıdır.
- Zemin, zemin drenaj kanallarına eğimli olmamalıdır. (Bu sayede dökülen tehlikeli sıvı kimyasalların drenaj kanalına ulaşması engellenmektedir.)



9

Laboratuvar Tavanı ve Duvarları



- Duvarlar pürüzsüz, gözeneksiz, sıvı geçirimsiz, kolay temizlenebilir olmalıdır ve ideal olarak "high gloss" boya ile boyanmalıdır.
- Laboratuvar duvarları yangına yaklaşık 1 saat boyunca dayanabilmelidir ve yangının laboratuvar dışına yayılımını önleyebilmelidir.
- Laboratuvarlar ışığı yansıtacak açık renkler ile boyanmalıdır.
- Lambalar ideal olarak tavan ile aynı seviyede olmalı, asılı lambalardan ve laboratuvar içinde asılı boru sistemlerinden (Havalandırma veya çeker ocaklar için) kaçınılmalıdır.



10

Laboratuvar Kapıları



- Laboratuvar kapıları kendiliğinden kapanabilir ve kilitlenebilir özellikte olmalıdır.
- Laboratuvar kapılarının genişliği 100 cm' nin üzerinde olmalıdır.
- Tıbbi laboratuvara yetkisiz kişilerin girişlerine engel olacak şekilde düzenleme yapılmalıdır.
- Kapı üzerinde laboratuvara giriş kısıtlamasını belirten bir ifadenin bulunduğu bir uyarı panosu olmalıdır.
- Laboratuvar kapılarında çarpışmalara engel olmak için cam pencere olmalıdır.
- Laboratuvar kapıları dışarıya doğru açılmalıdır.
- Laboratuvar kapısı ve acil çıkış kapısının yakınında giriş-çıkışa engel olacak ekipman ve tezgah olmamalıdır.
- Kapıya yakın bir alanda elbise askıları için yer ayrılmalıdır.



11

Laboratuvar Tezgahları



- Tezgah yüzeyleri kimyasal maddeleri geçirmeyecek ve yüksek kimyasal dayanımına sahip materyalden imal edilmelidir.
- Tezgah yüzeyleri mümkün olduğunca az parçadan oluşmalıdır. Fayans gibi materyaller tezgah yüzeylerinde tercih edilmemelidir.
- Islak çalışma tezgahlarında dökülen sıvının yere akmaması için tezgah yüzeylerinin kenarları hafifçe yükseltilmiş olmalıdır.
- Tezgahların derinliği 75-90 cm, yüksekliği 90 cm olmalıdır.
- Tezgah altı mobilyaları lamine sunta gibi su ve kimyasal dayanımı zayıf materyalden imal edilmemelidir.
- Tezgah altı dolapları ile zemin arasındaki yükseklik etkin bir temizlik için yeterli olmalıdır (Örneğin; 25 cm).
- Tezgahların veya en azından tezgah altı dolaplarının taşınabilir nitelikte olması gerekli yerleşim esnekliği için önemlidir.



12

Laboratuvar Lavaboları



- Laboratuvarlarda kullanım amacına bağlı olarak kirli veya temiz lavabolar bulunmalıdır.
- Laboratuvarlarda sadece el yıkama amaçlı kullanılan temiz lavabolar çıkışa yakın olmalıdır.
- Mikrobiyoloji ve benzeri çalışmaların gerçekleştirildiği laboratuvarlarda musluklar tercihen elle açılıp kapanmamalıdır.
- Genel olarak laboratuvar lavaboları en az 40 cm genişliğinde, 40 cm uzunluğunda, 15 cm derinliğinde, tercihen ayak kontrollü ve sensörlü olmalıdır.
- Etrafa sıçramaları önlemek için kenarlarda 0,6-1,0 cm genişliğinde bir yükseklik olmalıdır.
- Otomatik sıvı sabun ve kağıt havlu makinesi olmalıdır.



13

Çeker Ocaklar



- ❖ Laboratuvarlarda kimyasal buharı, tozu ve gaz meydana getiren faaliyetler gerçekleştirilecek ise ilgili uluslararası standartlara göre sertifikalandırılmış çeker ocaklar bulunmalıdır.
- ❖ Çeker ocaklar laboratuvarın yoğun kullanılan bölümlerinin dışında ve hava akımına engel olmaması için kolonlardan ve çıkıştan uzak alanlara yerleştirilmelidir.
- ❖ Çeker ocak boruları gaz ve partikül birikmesine neden olacak cepler ve ölü alanlar içermemelidir.
- ❖ Borular korozyona ve kimyasal maddelere dayanıklı materyalden imal edilmiş olmalıdır.
- ❖ Çeker ocaklar varsa HVAC sisteminin hava akış yollarından uzakta olmalıdır.



Biyogüvenlik Kabinleri ve Laminer Akış Kabinleri



- ❖ Mikrobiyoloji, moleküler biyoloji vb laboratuvarlarda personel güvenliği için biyogüvenlik kabinleri ve çalışılan materyali kontaminasyondan korumak için biyogüvenlik veya laminar akış kabinleri olmalıdır.
- ❖ Bu kabinler ilgili uluslararası standartlara göre sertifikalandırılmış olmalıdır.
- ❖ Bu kabinler laboratuvarın yoğun kullanılan bölümlerinin dışında ve hava akımına engel olmaması için kolonlardan ve çıkıştan uzak alanlara yerleştirilmelidir.



Biyogüvenlik kabinleri çeker ocak değildir!!!



15

Tehlikeli Kimyasal Muhafaza Kabinleri



- ❖ Laboratuvarlarda alev alabilir kimyasal maddelerin muhafazası için özel tasarlanmış kabinler kullanılmalıdır.
- ❖ Bu kabinler kapılardan uzakta olmalıdır.
- ❖ Kabin materyali korozyona dayanıklı olmalıdır.
- ❖ Kolay alev alabilir ve korozif nitelikte kimyasalların muhafaza edildiği kabinler havalandırılmalıdır. Bu havalandırma çeker ocaklarda olduğu gibi boru vasıtası ile doğrudan dış ortama olmalıdır.



Tehlikeli Kimyasal Maddeler



Çevreye zarar verenler



Ani, tekrarlanan veya uzun süreli maruziyet sonunda sağlığa zararlı olanlar

TEHLİKE
KİMYASAL
MADDE

Fiziksel ve kimyasal özellikleri nedeniyle zarar verme riski olanlar

17

Tehlikeli Kimyasal Maddeler



18

Tehlikeli Atık Muhafazası



- ❖ Atıkların niteliğine uygun atık kaplarının kullanıldığı, doğal veya mekanik havalandırılan merkezi atık muhafaza alanları oluşturulmalıdır.



Laboratuvar Güvenlik Sistemleri



- Duman ve yangın alarm sistemi olmalıdır.
- Elektrik prizleri acil duşlarına, göz duşlarına ve lavabolara 50 cm' den yakında olmamalıdır.



Laboratuvar Güvenlik Sistemleri



- Ulaşılabilir koridorlarda güvenlik istasyonları oluşturulmalıdır. Bu istasyonlarda yangın söndürücü, acil duşu, göz duşu ve kimyasal-biyolojik materyal dökülmelerinde kullanılacak kitler bulunmalıdır.
- Kimyasal-biyolojik madde maruziyetine karşı acil duşlar ve göz duşları laboratuvarın herhangi bir noktasından 10 saniye içinde ulaşılabilir uzaklıkta olmalıdır.
- Aşındırıcı kimyasalların çalışıldığı laboratuvarlarda acil durum duşları laboratuvar içinde olmalıdır.
- Tehlikeli alan ile acil durum duşları arasında kapı bulunmamalıdır.
- Duşlar kullanım için her zaman hazır olmalıdır.
- Su sıcaklığı uygun olmalıdır.
- Uzun süreli durgun su birikimi olmamalıdır.
- Periyodik kontroller yapılmalıdır.



Laboratuvar Güvenlik Sistemleri



Göz duşları:

- Kendiliğinden su vermelidir.
- Hemen açılabilir.
- Yerden yükseliği 84 - 114 cm arasında olmalıdır.
- Duvar ve yakınındaki cisimlerden en az 15 cm uzaklıkta olmalıdır.
- Tehlikeli alandan 10 sn içerisinde ulaşılabilir veya 30 metreden uzakta olmalıdır.



Laboratuvar Güvenlik Sistemleri



Vücut duşları:

- Duş başlığı zeminden 208 – 244 cm arasında olmalıdır.
- Kapatılmadığı sürece kendiliğinden su verebilmelidir.
- 1 sn veya daha fazla sürede açık konumdan kapalı konuma geçebilmelidir.
- Kontrol zeminden en fazla 175 cm uzaklıkta olmalıdır.
- 10 sn içerisinde ulaşılabilir veya 30 metreden uzakta olmamalıdır.



Laboratuvar Güvenlik Sistemleri



- Gaz tüpleri duvara zincir ile sabitlenmelidir.
- Sıkıştırılmış gaz içeren tüpler ısı kaynaklarından uzakta olmalıdır.
- Gaz tüplerinin kapalı alanlarda muhafazası durumunda bu alanlar havalandırılabilir olmalıdır.
- Birbiri ile uyumsuz gazlar içeren tüplerin bir arada bulundurulduğu kapalı alanlarda etkin havalandırma sistemi olmalıdır.
- Çok toksik ve yanıcı gazları içeren tüplerin yakınında gaz detektörü olmalıdır.

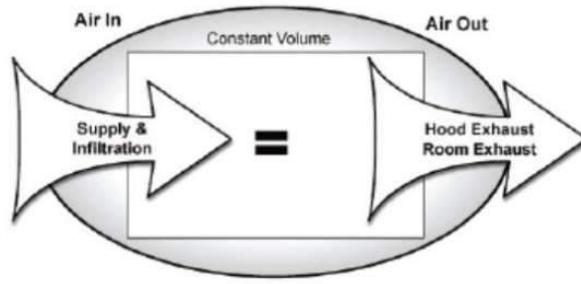


24

Laboratuvar Havalandırma Sistemleri



- ❖ Genel bir kural olarak hava akımı düşük tehlikeli alandan yoğun tehlikeli alana doğru olmalıdır.
- ❖ Laboratuvarlarda hava çıkışı için hava çıkış hatları bulunmalıdır.
- ❖ Biyogüvenlik 2 düzey laboratuvarları ve toksik kimyasalların kullanıldığı laboratuvarlardan emilen hava tekrar kullanılmalıdır.
- ❖ Biyogüvenlik 2 düzey laboratuvarlarından emilen hava HEPA filtreden süzöldükten sonra tekrar kullanılabilir.
- ❖ Çeker ocaklar dışında bazı cihazlardan kaynaklanan tehlikeli gazları ortamdaki uzaklaştırmak için lokal hava emme vasıtaları kullanılmalıdır.



Laboratuvarda Deprem Önlemleri



- ❖ Yangın riskine karşı otomatik gaz akışını kesen vana/valf sistemleri bulunmalıdır
- ❖ Sıkıştırılmış gaz tüpleri ve ağır cihazlar/mobilyalar/ekipmanlar sabitlenmelidir ve deprem sırasında düşerek, yuvarlanarak veya çıkışları kapatarak oluşabilecek zararlar engellenmelidir.
- ❖ Deprem anında raflardan tehlikeli kimyasal ve biyolojik malzemelerin düşmesine ve olası zarar vermesinin önüne geçmek için laboratuvarlarda yer alan rafların önünde yaklaşık 1 cm yükseklikte koruma bandı olmalıdır.



26

Laboratuvarda Deprem Önlemleri



- ❖ Kimyasal maddeler tehlike sınıflarına uygun olarak ayrıştırılmalı ve güvenli koşullarda saklanmalıdır.
- ❖ Dökülme-saçılma riski olan tüm malzemeler ikinci kapların içerisinde tutulmalıdır.
- ❖ Kimyasallar göze sıçrama riskine karşı göz hizasındaki raflarda saklanmalıdır
- ❖ Cam kapılar, büyük pencereler gibi büyük kesitli camlar kesici-delici yaralanma riskini en aza indirecek seviyede yapılmış olmalıdır
- ❖ Dolap kapakları olası sarsıntı anında kendiliğinden açılmaya engel olacak şekilde kilit sistemine sahip olmalıdır.

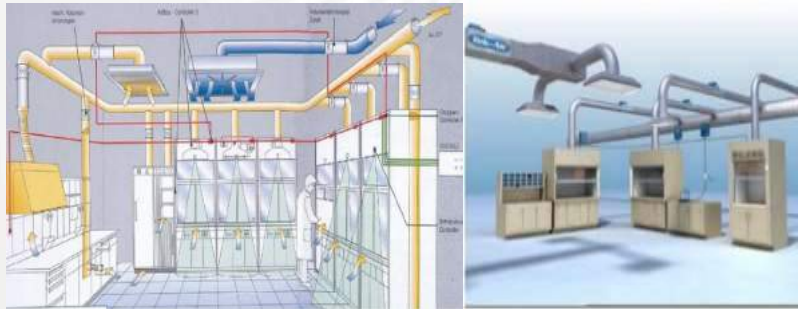


27

Laboratuvar Havalandırma Sistemleri



- ❖ İklimlendirme sisteminin tasarlanmasında laboratuvarda ısı oluşturacak faaliyetler ve cihazlar göz önünde bulundurulmalıdır.
- ❖ Mümkün olduğunca temiz alanlar ve kontamine alanlar arasında basınç farkı oluşturulmalıdır.
- ❖ Laboratuvarların havalandırma sistemi ve laboratuvar dışı alanlardan ayrı tasarlanmalıdır.
- ❖ Laboratuvarlar, koridorlar ve diğer az tehlikeli alanlara göre negatif basınç altında olmalıdır.



28

Laboratuvar Tasarımı Videolar



<https://www.youtube.com/watch?v=m4mlu6ESPLU>

<https://www.youtube.com/watch?v=uaFbtDa-fvA>

<https://www.shutterstock.com/video/clip-25686614-stock-footage-abandoned-laboratory-after-earthquake.html?src=search/D-ZH71CuZd-6hvbsOsWZ4g:1:76>

<https://www.youtube.com/watch?v=HgLLsRajEg>

<https://www.youtube.com/watch?v=yR-1SzQh0P4>

29

Laboratuvar Güvenliği Videolar



https://www.youtube.com/watch?v=7Fo_sme1WuM

<https://www.youtube.com/watch?v=tsAHt0FiwNM>



30

Teşekkür ederim..



ÖLÇÜM
LE
DEĞİŞİ

ÖLÇÜMİN
DOĞRUMERKEZ



Eđitim Laboratuvarlarındaki Tehlikeler Ve Alınması Gereken Guvenlik nlemleri

Gunay Kocasoy
Tel : 0212 359 44 76
e-posta : kocasoy@boun.edu.tr

Laboratuvarlarda daima tehlikeli maddeler bulunmaktadır.

Bu konularda bilinli olunmadıđı zaman en kk dikkatsizlik veya ihmal

- byk kazalara,
- bazen telafisi mmkn olmayan kayıplara neden olmaktadır

Laboratuvarlarda bulunan tehlikeli maddelerin başında

KİMYASAL MADDELER

gelmektedir

Kimyasal madde;

doğal halde bulunan veya üretilen,

herhangi bir işlem sırasında atık olarak ortaya çıkan veya

kazara oluşan her türlü bileşik, element veya karışımlardır



Laboratuvarlarda kullanılan kimyasal maddelerin birçoğu

- zehirli olup yiyecek, teneffüs ve deri yoluyla bulaşmakta
- insan sağlığını olumsuz etkiler

Bu nedenle küçük ihmaller

büyük kazalara ve sorunlara neden olurlar



Laboratuvar çalışmalarına yeni başlayanların

ilk aylarda çok kaza yaptıkları tespit edilmiş bulunmakta,

bu ilk birkaç ay “çıraklık devresi” olarak kabul edilmektedir

Eğitim birimlerinin laboratuvarlarını kullanan öğrenciler

laboratuvar deneyimi olmayan “çıraklar” olarak kabul edip,

laboratuvarlarda çalışmalarını esnasında dikkat edilmesi ve uyulması gereken

kurallar konusunda bilgilendirilmeleri ve

kurallara kesinlikle uymaları sağlanmalıdır

➤ Laboratuvarlarda alınması gereken önlemler iki konu başlığı

altında işlenmelidir

- Laboratuvarların kurulum aşamasında iken
- Laboratuvarda çalışırken alınması gereken önlemler



*Laboratuvarların Kurulum Aşamasında
Alınması Gereken Önlemler*

Laboratuvarda olacak yangın, deprem gibi olaylar karşısında kolaylıkla ulaşılacak

- **acil çıkış kapıları konmalı** ve
- bunların yerleri **kolayca görünecek şekilde işaretlenmelidir.**
- Deprem olması durumunda **gaz akışını otomatik olarak kesen sistemler bulunmalıdır**



➤ **Yangına karşı**

- **sesli ve görsel uyarı sistemleri,**
- **duman dedektörleri, sprink sistemleri yapılmalıdır**
- Duman dedektörlerinin konulacağı yerler alan büyüklüğüne göre hesaplanarak yerleştirilmelidir
- Yangın uyarı butonları kaçış yollarına konulmalıdır



Yangın uyarı butonları bir kattaki herhangi bir noktada oluşacak yangın yerinden o kattaki herhangi bir yangın uyarı butonuna uzaklığı yatay olarak **50 m'yi geçmemeli ve yerden 1,1 m -1,4 m yüksekliğe** monte edilmelidir

➤ **Laboratuvarın havalandırma sistemi**

binanın **genel havalandırma sisteminden** ayrı yapılmalı,
laboratuvarın içinde veya yanında **havalandırılmalı bir oda yapılmalı**,
bu mümkün olmadığı durumlarda
özel koruma filtreleriyle korunma sağlanmalıdır

Havalandırma sistemlerinin bakım zamanları kayıt altına alınarak
yaptırılmalıdır



Laboratuvara mutlaka **çeker ocak konmalıdır**

➤ kapılardan ve havalandırma sisteminden uzağa,
laboratuvarda trafiğin az olduğu yere yerleştirilmeli

➤ **kimyevi maddelere ve çeşitli buharlara**

dayanıklı malzemedan yapılmalı ve
sürekli hava akımı sağlamalı,
24 saat çalışabilir durumda olmalıdır



- Çeker ocağın iç elektrik sistemi dikkatli bağlanmalı ve bütün elektrik çıkışları, elektrik düğmeleri, su ve gaz vanaları çekerocağın dışına konmalıdır
- Elektrik tesisatı laboratuvarında kullanılacak bütün aletlerin toplam gücünü taşıyacak kapasitede yapılmalı, her cihaz için topraklı bir priz konmalı, çoklu fiş kullanılmamalı
- Her cihaza ait ayrı sigorta bulunmalıdır



- Binaların genel elektrik panosunun haricinde laboratuvara ait ayrı elektrik panosu olmalıdır
- Kaynaktan gelen yüksek amperli veya yüksek voltajlı elektrik akımı karşısında, laboratuvarında bulunan ekipmanlar ile olan bağı kesecek şekilde devre kesiciler yerleştirilmelidir



- Su, elektrik havagazı ve hava boruları ve bunların vanaları deęişik renklere boyanmalı, akış yönleri ok ile gösterilmeli ve dolapların arkasından geçecek şekilde tasarlanmalıdır
- Hangi rengin hangi boruya ait olduğunu gösteren bir tabela laboratuvarın görünür bir yerine asılmalıdır

- Boru sistemleri, radyatörler, aydınlatma sistemi ve bağlantıları ile dięer servis noktaları kolay temizlenecek biçimde tasarlanmalı, duvarlar, taban ve tavanlar kolay temizlenir ve dezenfekte edilebilir olmalıdır
- Elektrik ve gaz vanalarını kapatan şalter ve vanaların yerleri işaretlenmeli ve herkes tarafından bilinmelidir

- Laboratuvarlar toz, nem, buhar, titreşim, elektromanyetik etkenler ve zararlı canlılar gibi olumsuz etkenlerden korunmalıdır
- Laboratuvarlarda ışıklandırma;
parlama veya yansıma yaparak
rahatsızlık oluşturmayacak biçimde tasarlanmalı,
çok parlak veya çok loş olmamalı

- Acil durumda ulaşılabilir beden ve göz yıkama duşu ve yangın battaniyesi kolayca ulaşılabilir yerlerde bulunmalıdır
- Duşlar elektrikli ve tehlikeli cihazlardan uzakta olmalı ve kazaya uğrayan kişinin kolayca bulacağı şekilde işaretlenmeli
- Duşun çekme kolu kolayca ulaşılabilmesi için yerden iki metre yukarıda olmalıdır
- Duşlar normal sıcaklık ve basınçta bol su verecek şekilde ayarlanmalıdır
- Göz yıkama duşunda gözün sürekli yıkanabilmesi için su sıcaklığı 16-38 °C arasında olmalı
38°C'nin üstündeki su sıcaklığı göz için zararlıdır

- Lavabo ve göz yıkama istasyonları gibi su kaynaklarının yakınlarına anahtar, priz gibi elektrik devre kesicileri konulmamalıdır
- Laboratuvarda yeterli sayıda eviye bulunmalı ve drenaj boruları aside mukavim malzemeden yapılmalıdır
- Buhar ve sıcak su vanaları yerden iki metre yukarıda olmalı ve izolasyon malzemeleri ile kaplanmalıdır

- Laboratuvar bankoları yüzeyleri kolay temizlenir özellikte, dayanıklı malzemeden yapılmalıdır
- Laboratuvar bankoları rahat çalışılabilecek yükseklikte olmalıdır.
- Laboratuvar bankoları aralarına rahatça çalışılabilecek mesafeler bırakılarak yerleştirilmelidir



- Parlayıcı, alev alıcı kimyevi maddeler ve sıkıştırılmış gaz silindirleri için ayrı bir depo veya depoda ayrı bir bölme yapılmalı, gaz silindirleri duvara zincirle bağlanmalıdır
- Cihazlar yerleştirilirken bankolar fazla kalabalık olmayacak şekilde yerleştirilmeli, su,gaz ve hava vanalarının, elektrik prizlerinin önü kapatılmamalıdır

- "Sigara İçilmez", "Yemek Yemek Yasaktır" gibi ikaz tabelaları hazırlanıp laboratuvarında gerekli yerlere asılmalıdır



- Acil durumlarda (yangın, zehirlenme, vb) aranacak yerlerin telefon numaralarını gösteren bir tabela laboratuvarın belirli yerlerine asılmalıdır
- Laboratuvarlar toz, nem, buhar, titreşim, elektromanyetik etkenler ve zararlı canlılar gibi olumsuz etkenlerden korunmalıdır

- Pencereler açıldığı zaman, kemiricileri ve böcekleri geçirmeyen sineklikler yerleştirilmeli,
 - laboratuvarın düzenli olarak ilaçlanması sağlanmalıdır
 - Laboratuvarda değişik yangın türlerine göre uygun yangın söndürme cihazları bulundurulmalı ve bunların hangi yangın tipi için kullanılacağı açıkça belirtilmeli ve yangın tüplerinin yerleri işaretlenmelidir
- Laboratuvar çalışanları yangın tüplerinin kullanımını öğrenmelidirler

- Laboratuvarın kurulum aşamasından itibaren risk değerlendirme ekibi oluşturulmalı ve laboratuvarların kurulumlarında bu ekibin görüş ve önerileri dikkate alınmalıdır
- Çalışmaya devam eden mevcut laboratuvarlarda ise, gerekli iş sağlığı ve güvenliği önlemlerine yönelik faaliyetlere başlamadan önce, risk değerlendirmeleri yetkin uzmanlar tarafından yapıldıktan sonra önlemler alınmalıdır

Laboratuvarlarda

Çalışma Esnasında

Uyulması Gereken Kurallar

- Mesai saatleri dışında laboratuvarlarda yalnız çalışılmamalı, bu kural kesinlikle uygulanmalıdır
- Laboratuvarda çalışırken uzun saçlar toplanmalı, uzun ve bol elbiseler, burnu açık sandaletler giyilmemeli, uzun kolye, zincirler katıyetle kullanılmamalıdır

- Laboratuvarlarda muhakkak laboratuvar önlüğü giyinilmeli, yapılan deneye, kullanılan kimyasal maddeye göre kenarlıklı gözlük, maske, eldiven vb kişisel koruyucular kullanılmalıdır

- Atıklar ve hemen kullanılmayacak parlayıcı, patlayıcı maddeler laboratuvarda az miktarda bulundurulmalı, kullanıldıktan sonra tekrar depoya götürülmelidir.



- Çözücüler lavabolara dökülmemeli,
- değişik özellikteki çözelti atıkları ayrı toplanıp,
her akşam laboratuvardan çıkartılarak
bertaraf edilmeleri için lisanslı firmalara gönderilmek üzere
belirlenen yerde muhafaza edilmelidir



- Bünsen beki kullanılırken çakmak taşlı ateşleyiciler kullanılmalı
- Bünsen bekinin açık bırakılma durumunda hava ayarı yapılarak sarı alevin görülmesi sağlanmalıdır
- Yanıcı sıvıların bulunduğu piset ve şişeler güneşte-
özellikle hafta sonları bırakılmamalıdır

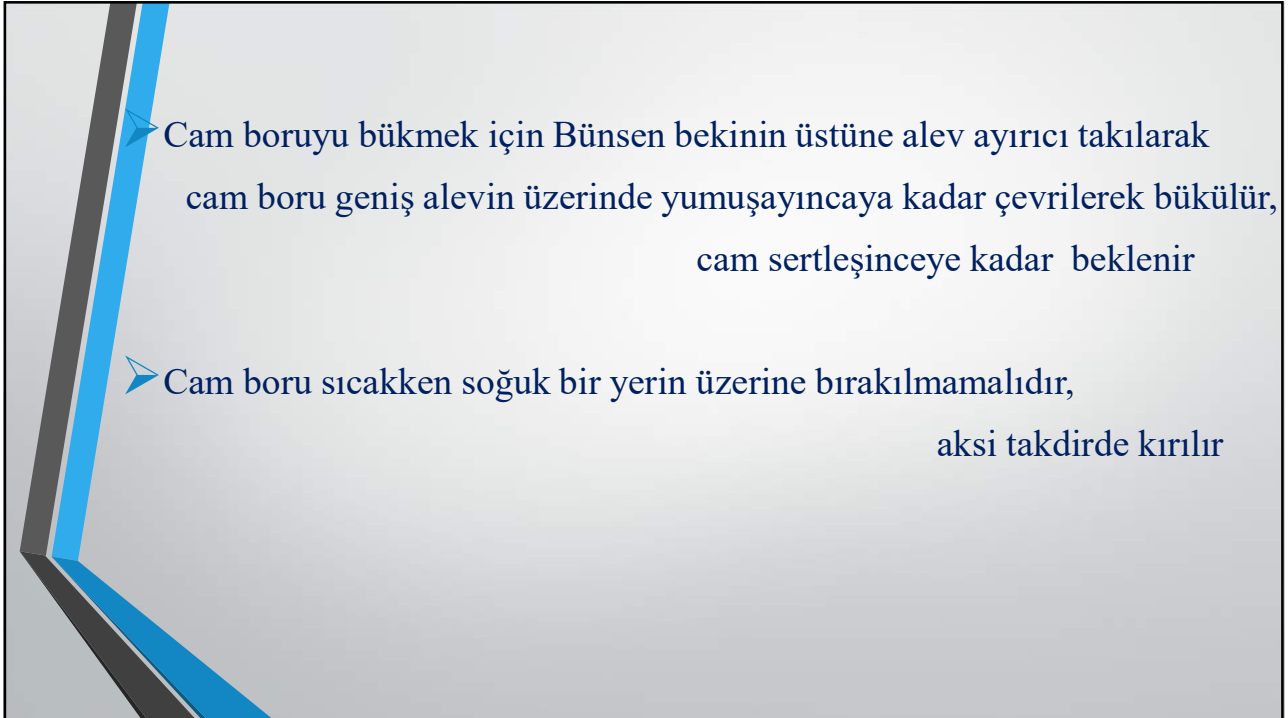
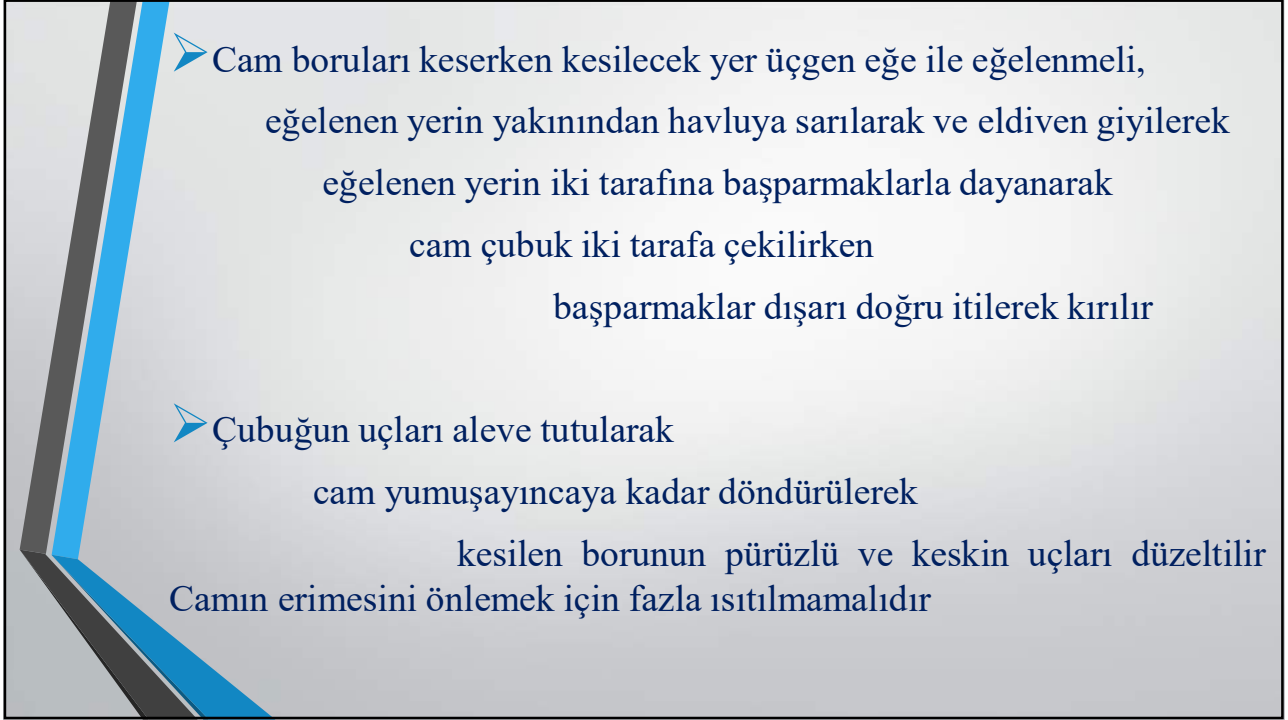


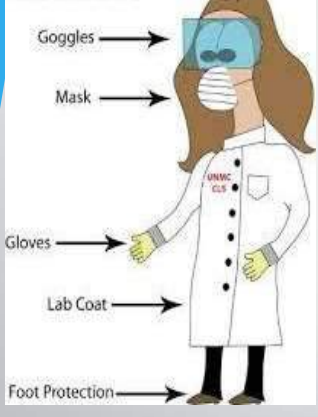
- Yanıcı, zehirli maddelerin kullanıldığı deneyler çeker ocakta,
- alev alıcı sıvıların damıtılması kum tepsisi üzerinde yapılmalıdır
- Yangın durumunda gaz vanaları, elektrik şalterleri kapatılmalı,
- cam ve kapılar kapatılarak hava cereyanları kesilmelidir



- Cam eşyalarla çalışmaya başlamadan önce çatlak/kırık olup olmadıkları kontrol edilmeli, kırık veya çatlak olanlar tamir için camcıya gönderilmeli veya cam geri kazanma kutularına atılmalıdır
- Kirli cam eşyalar eviyelerde biriktirilmemelidir








Goggles →
Mask →
Gloves →
Lab Coat →
Foot Protection →

- Cam boru, huni, termometre vb.
lastik tıpa içine sokulurken
pamuklu, deri veya plastic eldiven giyilmeli,
tıpaya sokulacak cam eşya
tıpaya girecek kısmın yakınından tutulmalı ve
ucu gliserin veya sabunlu su ile ıslatılmalıdır
- Cam eşya döndürülerek tıpaya sokulmalı ve
ucu yıkanmalı
- Cam eşyayı tıpadan çıkartmak için
tıpa kenarından kesilerek çıkarılır

- Kırılmış buzun içinde deney yaparken cam eşya kırılırsa
tüm buz atılmalıdır
Aksi halde eller kesilebilir
- Basınç veya vakum altında yapılan deneylerde
erlenmeyer, beher gibi ince cidarlı ve düz tabanlı cam eşya
kullanılmamalıdır



- Gereğinden büyük desikatör kullanılmamalı,
fazla çizilmiş desikatörler atılmalıdır
- Ani sıcaklık deęişmelerinden kaçınılmalı,
desikatör kauçuk bir şeyin üstüne oturtularak
tabandaki esit olmayan basınçtan kaçınılmalıdır



- Ayırma hunnileri veya kapalı kaplarda ekstraksiyon yapılırken
tıpa sık sık açılarak basınç giderilmelidir

Aksi takdirde tıpa basınçtan dolayı atarak veya ayırma hunisi patlıyarak
ayırma hunisinin içindeki sıva analistin üstüne sıçrayabilir

- Kullanılacak kimyevi maddelerin kapları ve laboratuvara getirilen örnekler etiketlenmeli, mumlu veya suda çıkabilen kalem kullanılmamalı
- Maddenin tam ismi ve tehlike özelliği **“Tehlikeli”, “Zehirli”** vb ibareler, maddenin kullanılması ve saklanması dikkat edilecek hususlar, şişenin ilk açıldığı veya hazırlandığı tarih ve hazırlayanın ismi yazılmalı, günü geçmiş maddeler saklanmayıp atılmalıdır



- Madde ismi kısaltılmamalı, sadece formülü yazılmamalı, kodlanmamalı ve numara verilmemelidir

- Kimyevi maddeler tiplerine ve miktarlarına göre depolanmalı, depo iyi ışıklandırılmalı ve havalandırılmalı olmalıdır



- Depolar çok kalabalık olmamalı,
- alfabetik olarak yerleştirilmemeli,
- birbirleri ile reaksiyona giren maddeler
aynı depoda saklanmamalıdır

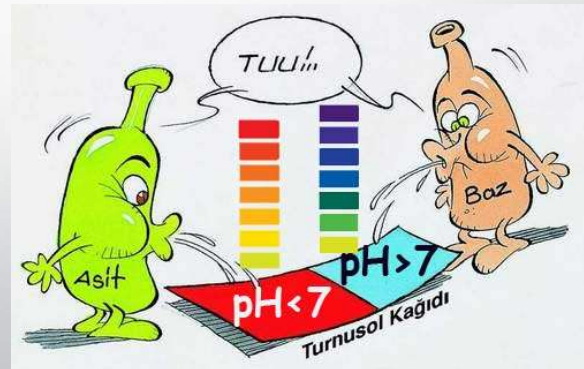
- Tahriş edici çözeltiler laboratuvar ve depoda
baş hizasından alçak raflara yerleştirilmelidir

Bunlar bir yerden bir yere taşınırken

paslanmaz çelik, kurşun veya kauçuk kovaların içinde taşınmalıdır

- Laboratuvarında asitle çalışılırken dikkat edilecek önemli bir husus
hiçbir zaman suyun aside eklenmemesidir

- Asit suya eklenmelidir



- Asit kaza ile vücudun her hangi bir yerine döküldüğü zaman asidin üzerine sodyum bikarbonat serpilmeli ve daha sonra bol su ile yıkanmalıdır
- Vücuda asit döküldüğü zaman ayakkabı, kemer gibi şeyler çıkartılarak kazazede hemen duşun altına sokulmalıdır

- Asit göze gelmişse hemen göz yıkayıcı suyu göze sıkılmalı ve 15 dakika gözü bol su ile yıkayıp derhal doktora görünmelidir
(Laboratuvarda çalışırken yan koruyuculu emniyet gözlüğü kullanılmalı, kesinlikle göz mercekleri kullanılmamalıdır)

- Toz halindeki kimyevi maddelerde yanık ve tahrişlere neden olurlar.
- Kazaen temas edilmeleri durumunda toz maddenin temas ettiği yerler bol su ile yıkanıp doktora görünmelidir



- Katı maddelerle çalışılırken kauçuk eldiven kullanılmalı,
- zararsız olduğu bilirse bile katı maddeler katiyetle elle tutulmamalı, spatula veya kaşıkla alınmalıdır
- Toz halindeki kimyevi maddelerle çalışılan yerin havalandırma sisteminin çok iyi çalışması gerekir

- Laboratuvarlarda bulunan en tehlikeli maddeler

genellikle gaz halinde bulunan kimyevi maddelerdir

(Amonyak, hidroklorik asit buharları, asetik asit, formaldehit, klor, brom, iyot, kükürt dioksit, azot dioksit verilebilecek birkaç örnektir)

- Bu maddelerle çalışılırken respiratörler kullanılmalı,

havalandırma çok iyi olmalı,

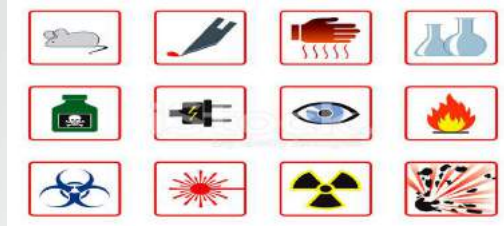
maddeler çekerocakta kullanılmalı ve

emniyet gözlükleri ile gözler korunmalıdır



- Laboratuvarlarda kullanılan kimyevi madde zehirlenmeleri durumunda zehirlenme belirtilerini ve ilk yardım konularını içeren bir tabela hazırlanarak laboratuvarın görünür bir yerne asılmalıdır

- Laboratuvarlarda kullanılan sıkıştırılmış gaz silindirleri
ateşe yakın yerlerde katıyetle bulundurulmamalı,
serin yerlerde, duvara zincirle bağlanarak düşmeleri önlenmeli ve
boşalır boşalmaz depoya götürülmelidir



- Cihaz kullanılmadığı zaman
gaz tüpünün silindir vanası mukakkak kapatılmalı,
bir yerden bir yere taşınırken ve depoda saklanırken
silindir kapağı takılı bulundurulmalıdır

Hidrojen gazı ile çalışılırken laboratuvarın kapısına
ikaz levhası asılmalıdır

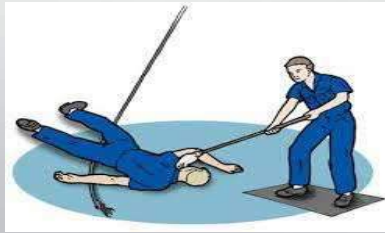
- Fırın, etüv, elektrikli ısıtıcı ve benzeri cihazlara ıslak elle tutulmamalı ve yağ yerin üzerinde dururken dokunulmamalıdır
- Elektrikli cihazlar bir yerden başka yere taşınmadan veya kontrol edilmeye başlanmadan önce kapatılmalıdır

- Elektrik motorunun üstüne herhangi bir sıvı sıçradığı zaman motor durdurulmalı, iyice temizlenip kurutulduktan sonra tekrar çalıştırılmalıdır



- Elektrik çarpmalarında önce ceryan ana şalterden kapatılmalı,
- bu mümkün olmadığı durumlarda kauçuk eldivenler veya yün malzemeler kullanılarak eller korunmalıdır

- Kazazedeye dokunmadan önce kuru paspas veya kuru bez parçası üzerinde durulmalıdır
- Yardım edilen kimse iecek durumda ise kendisine sıcak ay, kahve gibi uyarıcı verilip suni teneffüs iin uzmanlara müracaat edilmelidir



ACİL EYLEM PLANI

- Laboratuvarlarda oluşacak olağan dışı durumlar için **Acil Eylem Planı** hazırlanmalı ve laboratuvarında çalışanların hepsi bu konu ile bilgilendirilmelidir
- Herhangi bir kaza durumunda sakin davranılmalı, acil durumlar için planlanmış olan talimatlar çerçevesinde davranılmalıdır



SONUÇ

- Laboratuvarlar çok fazla kazaların olduğu çalışma ortamlarıdır
- Ancak alınan önlemlere ve konulan kurallara uyularak kazaların oluşması önlenir
- Konulan kuralların uzun çalışmalar ve tecrübeler sonunda belirlenerek konulduğunun herkes tarafından bilinmesinde yarar vardır

TEŞEKKÜRLER



Günay Kocasoy
Tel : 0212 359 44 76
e-posta : kocasoy@boun.edu.tr

Laboratuvarlarda İyi Uygulamalar

MÜJDAT AYDIN

KAYNAK: Wu Chunzhong

Açıklama

- Bu sunu bir laboratuvarda uygulanması gereken İSG bilgilerinin basit anlaşılabilir şekilde aktarılmasını sağlamak üzere hazırlanmıştır.
- Sunu içinde yaşanmış olaylardan hareket ederek hazırlanmış, olayların incelenmesi ve basit sınavlar verilmektedir.

Acil Müdahale

Her laboratuarda olmazsa olmazlardan ilki laboratuara yönelik acil müdahale planlarıdır. Bu plan özellikle aşağıdaki konular önemlidir:

- Acil telefon numaraları.
- Acil göz ve vücut yıkama duşları.
- Acil müdahale kimyasal dökülme kitleri.
- Acil çıkışlar ve tahliye yolları.



Yangın Tehlikesi

Yangın, laboratuardaki en tehlikeli acil durumdur. Yangınları nasıl önleyeceğinizi ve bir yangının ortaya çıkması durumunda nasıl müdahale edeceğinizi bilmeniz şarttır.

Yanıcı çözücülerin kullanımı laboratuvar yangınlarının birincil nedenidir. Yangınları önlemek için aşağıdakiler uygulanmalıdır.

- Uygulanabilir en küçük yanıcı solvent miktarlarını kullanın.
- Yanıcılar uygun depolama dolaplarında saklayın.
- Tutuşma kaynaklarından yanıcı çözücüler ayırın. Yanıcı çözücülerinin işlendiği herhangi bir bölgede asla Bunsen beki kullanmayın



Yangın Tehlikesi

Hazırlıklı olmak:

- Laboratuvarınızın yangın acil müdahale prosedürlerini bilin.
- Laboratuvar koridor ve tahliye yollarında, güvenli geçişi engelleyebilecek donanım ve diğer nesnelerin olmamasını sağlayın.

Hatırlayın:

- Güvenli geçişler, acil durum müdahaleleri için gereklidir.
- Acil müdahale prosedürlerini periyodik olarak uygulayın.



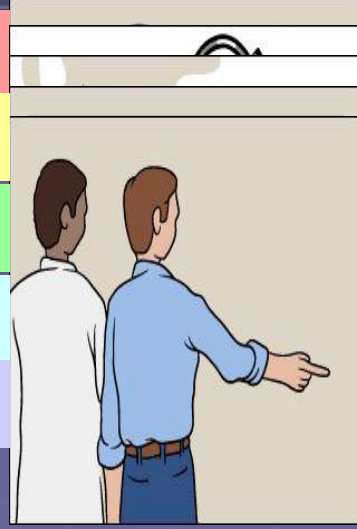
Acil Durum

Yanıcı bir sıvı
tezgahın üstüne
dökülüp
yanmaya başladı
ne yaparsınız?



Laboratuar Tezgahının Alev Alması Durumunda Acil Durum Uygulaması

1. Laboratuardaki kişileri uyarın ve alarm verin.
2. Yangını boğun veya yangın söndürücü kullanın
3. Söndürücüyü ateşin dibine tutun
4. Yangına müdahale ederken arkanızda güvenli çıkış olsun
5. Yöneticinize olayı rapor edin



Laboratuar Yangın Acil Durum Prosedürü

Laboratuarda büyük bir yangın çıkması durumunda şu acil prosedürleri izleyin:

- İnsanları bölgeyi boşaltmak için uyar
- En yakın yangın alarmını etkinleştirin veya acil müdahale için çağrı yapın.
- Ateşi sınırlandırmak için laboratuar kapılarını kapatın.
- Acil durum personeline yardımcı olmak için laboratuarı ve / veya olayı bilen biriyle görüşün.



Acil Durum

Laboratuar çalışanlarından birisi buz makinesinin önünde kötü bir şekilde düşmüş. Ayaklarını hissedemediğinden yakınıyor.



Yapmanız gereken ilk şey nedir?

Cevap sizce hangisidir?

- 1-Onu bir sandalyeye oturtun.
- 2-Bacaklarını kaldırın ve yardımsız hareket edip edemeyeceğini kontrol edin.
- 3-Hemen yardım çağırın.
- 4-Ona ayak parmaklarını oynatıp oynatamadığını sorun.

Acil Durum

Laborantlardan biri tezgah üstündeki 250 ml lik alkol dolu beheri laboratuvar önlüğüne döktü. Yakındaki bir Bunsen beki alkolün alevlenmesine neden oldu.



Ne yapmalısınız?

1. Ateşi söndür:
Alevleri bastırmak için yere yatırın veya yangın battaniyesine sarın.
2. Yanıkları serin suyla soğutun.
3. Tıbbi yardım isteyin ve olayı yönetime bildirin.



TEHLİKE İLETİŞİMİ



Tehlike iletişimi

Bunları Biliyor musun?

- Çalışma alanınızdaki kimyasalların tehlikelerine ilişkin bilgiler nerede bulunur?
- Bir laboratuarda çeker ocak ne zaman kullanılır?
- Koruyucu gözlük nasıl seçilir?
- Eldiven nasıl olmalı?
- Bir yangın veya kimyasal acil durumla ilgili olarak ne yapmalısınız?

OSHA Standartları temel elemanları

1. Tehlikeli kimyasallarla çalışırken yeterli eğitim almalısınız.
2. GBF hazır olmalı.
3. Laboratuarda kullanılan tüm tehlikeli kimyasallarla ilgili bilgi sahibi olmanız gerekir.
4. Tehlikeli bir kimyasal salınımı olması durumunda nasıl tespit edileceğini bilmelisiniz
5. Kişisel koruyucu donanım ve mühendislik kontrolleri sağlamanız gerekir.
6. Acil durum müdahale prosedürleri bilmelisiniz



Kimyasal Hijyen Planı

Laboratuvarınızın yazılı bir Kimyasal Hijyen Planı olmalıdır.

Plan, çalışma alanınızda mevcut olabilecek kimyasal tehlikeleri ve sizi bu tehlikelerden korumak için uygun iş uygulamaları, prosedürleri ve kontrolleri tanımlar.

Kimyasal Hijyen Planı veya diğer laboratuvar güvenlik belgeleri konusunda bilgi sahibi olmalısınız.



Güvenlik Bilgi Formu (SDS)

Sağlık ve güvenlik bilgisi için önemli referans, Güvenlik Bilgi Formudur (SDS).

Her kimyasal için imalatçısı tarafından bir Güvenlik Bilgi Formu hazırlanmıştır.

Ürünün fiziksel ve kimyasal özelliklerini, sağlık tehlikelerini, uygun acil müdahale prosedürlerini, kimyasala maruz kalmanın neden olabileceği akut ve kronik etkileri gibi birçok bilgileri sağlar.



Güvenlik Bilgi Formu

- Örnek olarak Kromik asit (Krom Trioksit) (CrO_3) Güvenlik Bilgi Formun da tehlikelerine bakalım.

2. TEHLİKELERİN TANITIMI

•Oksitleyici, Kanserojen, Hedef Organ Etkisi, Solunması yüksek toksiktir, Yutulduğunda toksiktir, Cilt emilimiyle toksiktir, Aşındırıcı, Teratojen, Üreme tehlikesi, Mutajen

•Hedef organlar

•Böbrek, Akciğerler, Karaciğer, Sinirler, Kan, Gözler, Deri, Solunum sistemi



Cevap sizce hangisidir?

Kromik asit de tekrarlanan maruziyet sonucu aşağıdakilerden hangisi olabilir?

- Kansere neden olabilir.
- Genetik deęişikliklere neden olabilir
- Karacięer zarar verebilir
- Böbreklere zarar verebilir
- Yukarıdakilerin hepsi

Ambalaj etiketleri

•Etiketler, kimyasal tehlikeler hakkında bilgi almak için iyi bir başvuru kaynağıdır. Yasalar gereęi etiketler üzerinde hangi bilgilerin olması gerektięi belirtilmiştir.

- Maddenin ortak adı.
- Uygun bir tehlike uyarısı.
- Uygun kullanım.
- Depolama.
- Acil müdahale



Radyoaktif materyallerle çalışma

Radyoaktif maddeler kullanan bir laboratuarda çalışıyorsanız;

- Burada gösterilen işaret gibi radyoaktif materyallerin varlığını gösteren uyarı veya ikaz işaretlerini tanıyın.
- Laboratuvarınız veya iş yeriniz için özel güvenli iş uygulamaları konusunda eğitim alınız.
- İşyerinizin emniyetli çalışma kurallarına uymalısınız.



Radyoaktif maddelerin işlendiği bir laboratuara girmek için Güvenli Giriş prosedürü olmalıdır.



“İş güvenliğini, laboratuardaki diğer insanlarla sade bir şekilde dikkate alması ve iyi laboratuvar uygulamaları ile yakından ilgili olması nedeniyle önemsiyorum”.

David H. Beach Ph.D.

Kimyasalların depolanması

- Kimyasalların etkin yönetimi sağlamak
- Yangın riskini azaltmak
- Acil durumlarda uyuşmayan kimyasalların yanlışlıkla karıştırılmasını önlemek
- Korozif ve toksik kimyasallara maruziyeti en aza indirmek

İÇİN Kimyasalların güvenli bir şekilde depolanması her laboratuarda gereklidir.

Güvenli kimyasal depolama, bir fikir olarak görünebilir. Ancak, her kimyasalın potansiyel tehlikeleri konusunda bilgi ve bir çok önlemi gerektirir.



Güvenli depolama



Laboratuvarınızda güvenli kimyasal depolama alanı bulunmalıdır.
Örneğin Asitlerin, yanıcı maddelerin ve deterjanın nasıl saklandığına özellikle dikkat edin.

Depolama alanından bir kimyasal çıkardığınızda, o kimyasal maddeyi aynı yere geri koymayı unutmayın.
Bu meslektaşlarınız için de güvenli bir uygulamadır

Tehlikeli bir kimyasalın doğru şekilde depolanması ile ilgili bir sorunuz varsa, tahmin etmeyin, yetkililere bildirin

Güvenli depolama için pratik Kurallar

- Makul bir sürede ihtiyaç duyacağınızdan daha fazla kimyasal madde depolamayın
- Her zaman kimyasalın etiketini okuyun ve saklamadan önce alındığı tarihi işaretleyin.
- Yüksek reaktif kimyasalları 6 aydan daha uzun süre muhafaza etmeyin.
- Kimyasalları belirsiz veya eksik bir etiketle saklamayın.
- Kimyasalları uyumlu gruplara ayırın ve gruplar arasında alfabetik olarak saklayın.
- Çok toksik kimyasallar için ayrı depolama alanları oluşturun.



Güvenli depolama için pratik Kurallar

- Oda sıcaklığında tutuşabilen kimyasalları özel yanmaya dayanıklı kabinlerde saklayın.
- Yanıcı kimyasallar soğuk depolamayı gerektiriyorsa, sadece bu tür bir kullanım için onaylanmış buzdolaplarında saklayın.
- Korozif, toksik, yanıcı ve yüksek reaktif kimyasallar için depolama alanları, kimyasal madde transferinde kullanımını kolaylaştırmak çeker ocağın yakınında olması iyi bir uygulamadır.



Güvenli depolama için pratik Kurallar

- Yalnızca temizlik malzemelerini doğrudan lavabonun altında depolayın.
- Sıvı tehlikeli kimyasalları asla göz seviyesinin üstünde saklamayın.
- Ağır kimyasal kapları yerde değil, alt raflarda saklayın.
- Kimyasalları yükseltilmiş kenarları olan raflara koyun.



Soru

Laboratuarda analiz sonucu çalışma alanının temizlenmesi sırasında bilmediğiniz yarı dolu, etiketsiz renksiz bir sıvı içeren şişeyi, Ne yapmalısınız?

1. Aynı şekle sahip kimyasalların yanına koyarım.
2. Büyük olasılıkla zararsız olduğu için lavaboya dökerim.
3. Şişeyi atık toplama alanına koyarım.
4. Ne yapılacağı konusunda tavsiye almak için yetkililere danışırım

Kişisel Koruyucu Donanım

Temizlik maddeleri ve tehlikeli kimyasallarla çalışırken kendinizi korumak için;

- Uzun pantolon, uzun kollu gömlek, kapalı ayakkabı, laboratuvar önlüğü, göz koruması ve eldiven kullanın.
- Asitleri çalışırken ek koruma için asitlere dayanıklı önlük giyin.



Daima gözlerinizi koruyunuz

Yan tarafında koruması olan, gözlük ve yüz siperi, kimyasalların göze vereceği zararlara karşı koruma sağlar.

Bir şişenin açılması ya da kapatılması gibi, az miktarda tehlikeli bir kimyasalın sıçrama tehlikesi olduğunda yan tarafında koruması olan koruyucu gözlüğü seçin.



Olay analizi: Göze kimyasal sıçraması

Acele ile kapalı bir tüpü açtın ve birkaç damla fenol gözünüze kaçtı

1. Hemen 15 dakika göz kapağı ve göz kapağı iç yüzeyini yıkayın

2. Göz kapaklarının arkasında etkili bir yıkama sağlamak için gözü açık tutun

3. Tıbbi yardım alın

4. Kazayı yetkilere rapor edin

DİKKAT

Kabaklı (Eppendorf) tüpleri asla fiske vurarak açmayın, bu göz kazalarının temel kaynağıdır



Gözlük ve yüz siperi

•Bir litre veya daha fazla miktarda yüksek derecede koruyucu olan bir kimyasalla çalışırken koruyucu gözlük takın.

•Çok büyük miktarda tehlikeli kimyasal madde kullanırken yüzünüzü ve gözlerinizi korumanız gerektiğinde bir yüz siperi takın.

Örneğin, kapalı bir kabı sıvı azottan çıkarırken bir yüz siperi takın.



Eldivenler

•Eldiven takmak, kendinizi kimyasal temastan korumanın basit ve etkili bir yoludur, ancak eldivenler çalıştığınız kimyasala dayanıklı olmalıdır.

•Hiçbir eldiven malzemesi tüm kimyasal maddeler için geçirimsiz değildir. Bu nedenle koruyucu eldiven kullanmada en etkili uygulama onları sık sık ve kirlendiklerinde değiştirmektir.



Doğru eldiven seçimi

1.Farklı eldiven türlerinin özellikleri ve her prosedürde yer alan kimyasalların tehlikeleri bilinmelidir.

2. İyi el becerilere izin veren eldivenler kimyasallara karşı ya hiç yada çok az koruma sağlayacaktır.

3. Tehlikeli kimyasallarla temas kaçınılmaz olduğunda daha yüksek koruma sağlayan özel eldivenler kullanılmalıdır, ancak temas süresi sınırlı olmalıdır.

4. Cildi etkileyen mesleki maruziyet değerleri olan kimyasallar ile çalışmalarda, uygun tipte eldiven seçilmelidir. Bu kimyasallar cilt emilimiyle olumsuz sağlık etkilerine neden olabilir.

5. Yeni bir eldiven giymeden önce ve herhangi bir tehlikeli madde ile çalıştıktan sonra ellerinizi su ve sabunla iyice yıkayın.



Olay analizi: Kimyasal dökülme

Laboratuarda çalışanlardan birisi üstüne asit döktü,
DERHAL

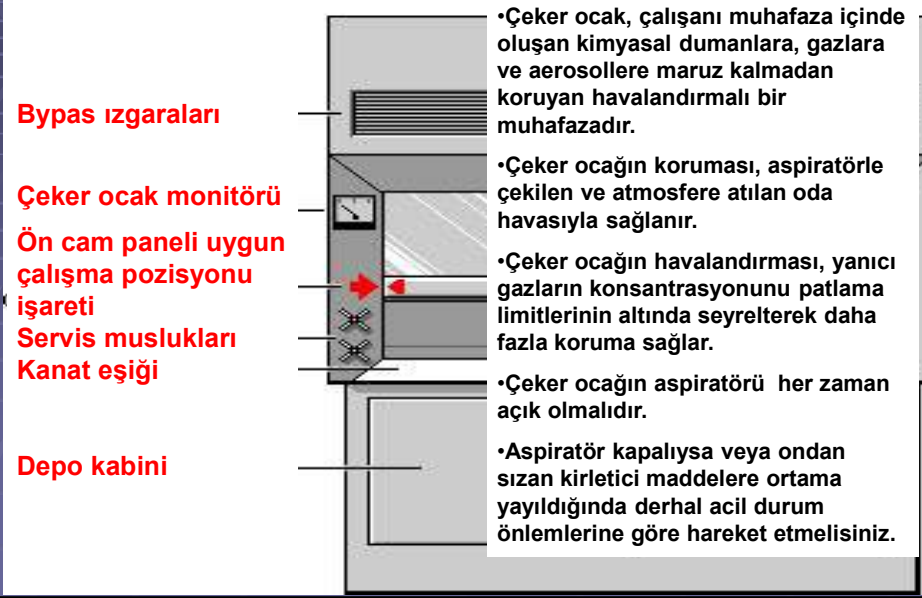
1. Musluktan veya güvenlik duşundan akan su ile maruz kalan alanı en az 15 dakika yıkayın
2. Bulaşmış giysileri ayakkabılarla birlikte çıkarınız.
3. Tıbbi yardım alınız ve kazayı yetkililere bildirin.



Laboratuvar
Çeker
Ocakları



Laboratuvar Çeker Ocaklar



Bypass ızgaraları

Çeker ocak monitörü

Ön cam paneli uygun çalışma pozisyonu işareti

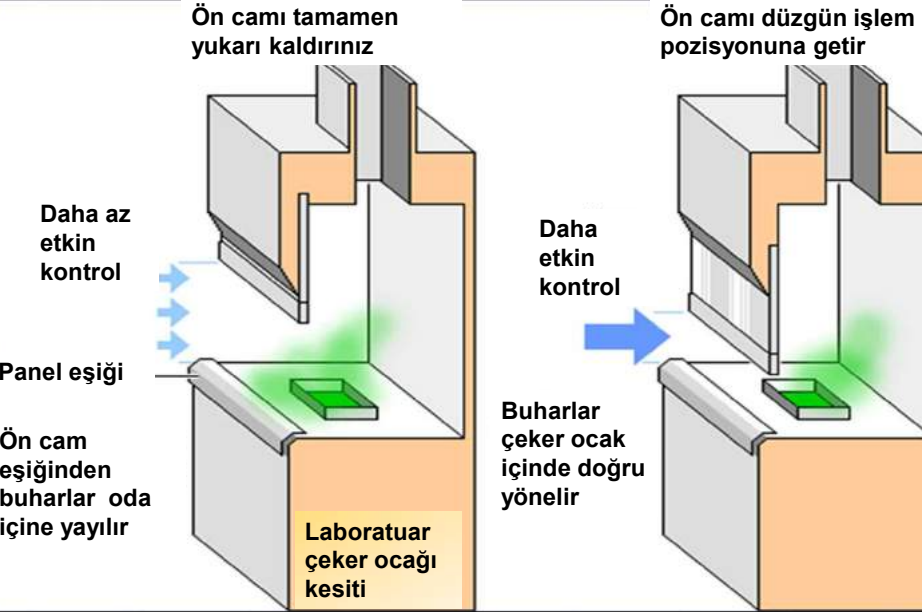
Servis muslukları

Kanat eşiği

Depo kabini

- Çeker ocak, çalışanı muhafaza içinde oluşan kimyasal dumanlara, gazlara ve aerosollere maruz kalmadan koruyan havalandırmalı bir muhafazadır.
- Çeker ocağın koruması, aspiratörle çekilen ve atmosfere atılan oda havasıyla sağlanır.
- Çeker ocağın havalandırması, yanıcı gazların konsantrasyonunu patlama limitlerinin altında seyrelterek daha fazla koruma sağlar.
- Çeker ocağın aspiratörü her zaman açık olmalıdır.
- Aspiratör kapalıysa veya ondan sızan kirlenici maddelere ortama yayıldığında derhal acil durum önlemlerine göre hareket etmelisiniz.

Çeker ocak nasıl çalışır



Ön camı tamamen yukarı kaldırınız

Ön camı düzgün işlem pozisyonuna getir

Daha az etkin kontrol

Daha etkin kontrol

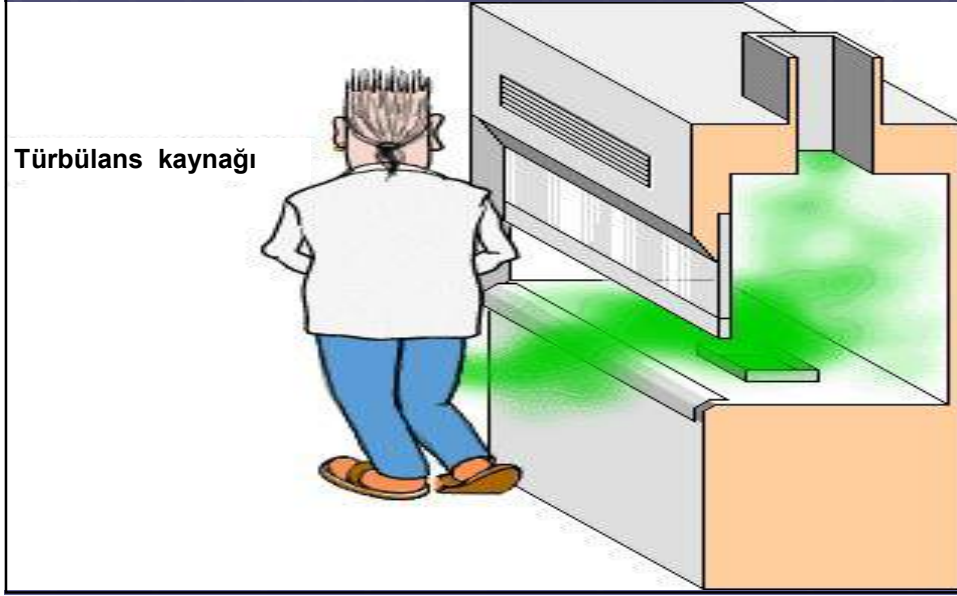
Panel eşiği

Ön cam eşiğinden buharlar oda içine yayılır

Buharlar çeker ocak içinde doğru yönelir

Laboratuvar çeker ocağı kesiti

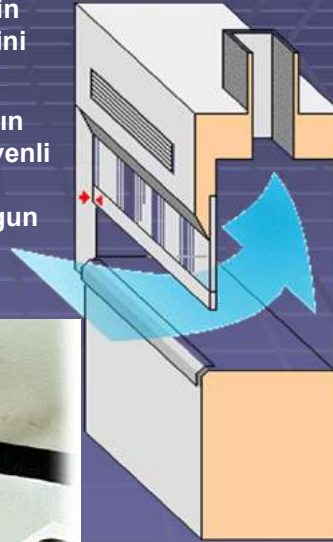
Ocak etrafında türbülans



Ön cam panel açıklığının sınırlandırılması

Çeker ocağın performansını kontrol etmek için yapacağınız şey ön cam panelinin yüksekliğini ayarlamaktır.

Ön cam panelin açıklığı azaldıkça çeker ocağın performansı artmaktadır. Ön cam panelin güvenli kanat açma işaretinin hizasında veya altında tutulması iyi bir uygulamadır. Kanadın en uygun seviyede çalıştırılması en iyi korumayı sağlayacaktır.



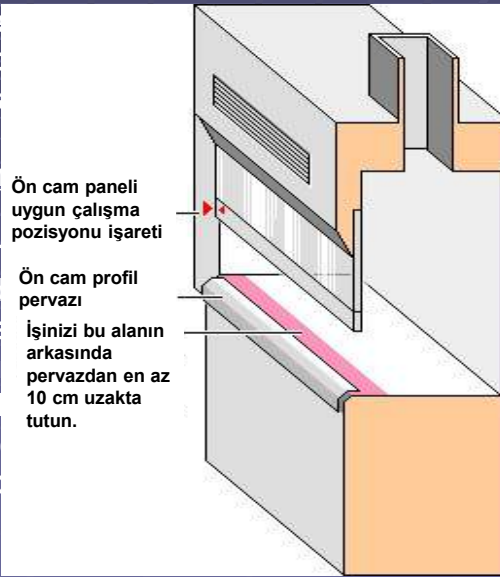
Soru

Çeker ocağın laboratuvar çalışanlarını korumasının ana esası nedir?

- Çeker ocak havayı odadan emer ve atmosfere atar.
- Çeker ocağın ön cam paneli, çalışanı tehlikelerden korur.
- Oda havası, tehlikeli gaz konsantrasyonunu seyreltir.
- Çeker ocak, tehlikeli işlerin yürütüleceği belirlenmiş bir alan sağlar.

Çeker ocağın kullanılması

- Deneyi planlayın: Önce değerlendirin. Çeker ocak başlamadan önce başta ocak içine yerleştirin. Ön cam panelin indirilme işaretli seviyeye kadar iyi koruma, ön cam paneli düşük seviyeye getirilince Deneyinizi izleyin: Yavaş Malzemeleri, Ön cam paneli veya ocağın arkasında engellemeyecek şekilde eşığının 10 cm yakınında



Soru

Çeker ocakta çalışırken kendinizi korumanın yolu aşağıdakilerden hangisidir?

1. Ön cam panelini uygun çalışma pozisyon işareti hizasına kadar indirin.
2. Ön cam panelini, uygun çalışma pozisyon işareti hizasına veya altında en uygun noktaya kadar indirin.
3. Ön cam panelini bulduğunuz pozisyonda bırakın.
4. Ön cam panelini tamamen açın.

Fiziksel Tehlikeler

“İnsanlar tükendiğinde laboratuarda çalışmamalıdır. Demek istediğim, insanların gece geç saatlerde çalıştıkları anlamına geliyor, bu onların yaptıklarıyla gerçekten ilgilendikleri anlamına geliyor. Fakat diğer yandan, bir deneyi doğru yapmak için çok yorgun olduğunuz bir noktaya ulaşırsınız. Bu güvenlik ve deney için olumsuz sonuçlara yaratabilir”.

Nouria Hernandez, Ph.D.
HHMI Investigator
Cold Spring Harbor Laboratory

Fiziksel tehlikeler

Diğer işyerlerindeki gibi bir kimyasal laboratuarda da, iyi laboratuvar uygulamalarını taviz vermeden uygulamak çeşitli fiziksel tehlikeleri en aza indirebilir.

Kaymayı ve düşmeleri önlemek için zemini kuru ve temiz tutun.

Mümkün olan durumlarda açık alev yapılan işlemler elektrikli ısıtma ile değiştirilmelidir.



Fiziksel tehlikeler

•Yüksek gerilim, ultraviyole ışık, ısı kaynakları ve kriyojenik malzemelerin tehlikelerine karşı gereken önlemler alınmalıdır.

•Tehlikeli maddeler taşınırken, kapların kapalı olduğundan ve ikinci koruma kaplarını kullandığınızdan emin olun.

•Özellikle cam, iğne gibi keskin aletler içeren rutin manipülasyonlarda dikkatli olunuz.

•Yorgun veya dikkat dağıtılmışsa, biraz ara verin rahatlayın ve yeniden odaklanın.

•Güvensiz koşullar fark ederseniz veya bir kaza veya yaralanma yaşarsanız, amirinize haber veriniz.



Olay analizi: Küçük kesikler ve yaralanmalar

Eski bir etiketi keskin bir bıçakla çıkartırken parmağınızı derin bir şekilde keserseniz **NE YAPMALISINIZ?**

1. Kesik yerini sabun ve su ile birkaç dakika boyunca bolca yıkayın.
2. Tıbbi yardım alın
3. Tehlikeli bir maddeye maruz kalma bir sorun olmasa da, küçük kesikler ve yaralanmalar için tıbbi yardım alınmalıdır.



•Cam eşyaları temizleme tehlikesi:

İyi bir laboratuarda, güvenliğin bilincinde olan herkes, kendi görevlerini yerine getirmek ve güvenli bir şekilde çalışmak için iki sorumluluğu paylaşır.



•Kişisel Koruyucu Donanım:

Laboratuvar önlüğü ve uygun iş ayakkabısı, gözlük veya siperi gibi gerekli donanımı kullanarak tehlikelerden önemli ölçüde korunursunuz.

•Güvenli bir işyerinin bakımı:

Kayma, takılma veya düşmeye neden olabilecek her şey için dikkat edin. Kaymayan bir yüzey ve paspaslar düşmeleri önlemede iyi bir güvenlik önlemidir.

Küçükte olsa her zaman dökülmeleri veya cam kırıklarını temizleyin. Bu sizin ve çalışma arkadaşlarınız için güvenli bir laboratuvarın oluşmasını sağlar.



Cam eşya temizleme işlemleri

•Kontamine olmuş ürünler: kimyasal veya kontaminasyon içeren cam kapları uygun şekilde bertaraf edilmesi için geri dönüşüme gönderin

•Kırık cam malzemeler: Kırılmış veya çatlamış parçaları uygun bir atık kabına atın.

•Etiketlerin çıkartılması: Etiketlerin kazıyarak çıkarılmasında, lavaboya dayayarak destekleyip kaymasını önleyiniz.

•Cam malzeme temizliği: Temizlik işlerinde asitler olan ihtiyacı ortadan kaldırmak için EDTA sülfonat esaslı deterjanlı maddeler kullanılabilir.



Asitle yıkama önlemleri

Kromik asit kullanıyorsanız, daha

1.Kendinizi koruyun: Laboratuvar

2.Asit için önlemler: Aside dayanıklı bir kap veya cam şişede asit bulundurun ve saklayın.

Ağartıcı veya diğer uyumsuz kimyasalların yakınında asit kullanmayın veya saklamayın.

Asit kaplarını kullanılmadığı zaman kapalı tutun.



Asit kullanan çalışana bir başka çalışan gözetim altında tutmalıdır.

Olay analizi: yanma kazası

Bir çalışanın kolu sıçrayan kaynar suyla yandı

1. Kolunu soğuk suya koyana kadar yardım edin.

2. Acil yardım çağırın.

3. Acil yardım gelene kadar kolunuzu soğuk suda bekletin.

4. Kazayı yetkilere rapor edin.



Soru-1

Kirlenmiş cam malzemeleri temizlemek ve yıkamak için küvetin içine koyarken, renkli bir sıvı içeren etiketsiz kapalı bir şişe buldunuz. Ne yapmalısınız?

- Şişenin kapağını açın dikkatlice lavaboya dökün.
- Şişeyi bir kenara koyun ve daha sonra yıkamanız gerekirse amirinize sorun.
- Şişeyi geri dönüşüme gönderin.
- Şişeyi atık kutusuna atın

Soru-2

İçinde fenol olan şişe kırıldı ve tezgah üzerinden çalışanın bacağına döküldü, Yapmanız gereken ilk hareket nedir?

- Acil yardım için yetkililere haber veririm.
- Acil olarak duş almasını sağlarım.
- Giysilerini çıkarmasına yardım ederim.
- Yardım gelene kadar onu rahatlatmak için onunla konuşurum.

Soru-3

İş arkadaşınız otoklavdan rafı çıkarırken, şişeye su sıçramasıyla şişe patladı ve kolunun yanmasıyla çığlık attı, Yapman gereken ilk şey nedir?

- Acil yardım çağırın.
- Kolunu soğuk suya daldırması için ona yardım et.
- Kolunu bir örtü ile sar.
- Olayı yetkililere bildir.



Soru-4

Kapısında radyasyon tehlikesi uyarısı olan bir laboratuara giriyorsunuz ve yere düşmüş bir kişiyi buluyorsunuz. Kişi nefes alıyor ama hareket edemiyor.

- Acil yardım çağırısı yapın ve ardından kişiyi radyasyon laboratuvarından çıkarın.
- Acil yardım çağırısı yapın ve kişiyi hareket ettirmeyin.
- Kişiyi radyasyon laboratuvarından çıkarın ve acil yardım için arayın.
- Radyasyon güvenliğini çağırın

Soru-5

Temel radyasyon güvenliği uygulamalarının rutin olarak gerçekleştirildiği laboratuara girerken radyasyona maruz kalma riskiniz, ne olabilir?

- Düşük
- Orta
- Yüksek
- Yok veya çok az

Soru-6

Modern biyoloji laboratuvarında olası en yıkıcı acil durum hangisidir?

- Kimyasal sızıntı
- Radyasyon yayılımı
- Yangın

Soru-7

Kırık cam parçası ile herhangi bir yeriniz kesilirse ilk ne yapmalısınız?

- Kesilen yeri birkaç dakika sabun ve su ile yıkayınız.
- Kesilen yeri bantla örtün.
- Tıbbi yardım isteyin.
- Kazayı yetkililere bildirin

Laboratuarlarda Ergonomik Riskler

Müjdat AYDIN

Kaynak:Vermont
Üniversitesi Kanada

Laboratuarlarda ergonomik riskler

Laboratuar yaralanmalarının önlenmesi için çalışanların eğitimi ve öğretimi önemlidir.

Çalışanlar, ergonomik prensiplerin temel anlayışa sahip olmalı ve risk faktörleri semptomlarını tanıyabilmelidirler.

İşin kendisinin tasarımı (çalışma / dinlenme programları, iş rotasyonu), çalışma aletleri ve iş istasyonu da (boyut / düzen) yaralanma riski üzerinde doğrudan bir etkiye sahiptir.

Ergonomik ilkeleri laboratuar araçlarının ve iş istasyonlarının tasarımına dahil etmek ve etkinlikleri en üst düzeye çıkarmak için iş süreçlerini gözden geçirmek, işle ilgili yaralanmaları önlemeye yardımcı olabilir.

Çalışma ortamını, araçları ve prosedürleri periyodik olarak incelemek, süreçlerin değişmesiyle birlikte gerekli değişikliklerin yapılmasını sağlar.

Laboratuvar kontrol listesi

Bu kontrol listesi, laboratuvar ortamlarıyla ilgili risk faktörlerini belirlemenize yardımcı olacaktır. İş Güvenliği uzmanları, işyeri hekimleri ve laboratuvar çalışanları tarafından kullanılmak üzere önerilen kontrol listesi, tespit edilen riskleri ortadan kaldırmaya veya azaltmaya yardımcı olacak bilgileri de içermektedir.

Kontrol Listesinin Kullanımı

Birinci Adım:

- İşyeri iş güvenliği uzmanı ve işyeri hekimi ile birlikte, laboratuvarınız için mevcutsa aşağıdaki bilgilere bakınız:
 - (1) kas-iskelet sistemi yaralanmalarının listesi; ve
 - (2) belirli görevleri yerine getirme konusunda şikayet veya endişeler.

İkinci Adım:

- Çalışanlarla ve amirleri ile iletişime geçin ve ergonomik araştırmanın yapılma amacını tartışın. Çalışanlara laboratuvar çalışmaları ile ilgili herhangi bir sorun veya endişe olup olmadığını sorun.

Üçüncü Adım:

- Laboratuvarında tanımlanan görevler için Laboratuvar Kontrol Listesini tamamlayın. Soru, görev için geçerli değilse cevap vermeyiniz. Her alan için anlamlı açıklamalar yapınız.

Kontrol Listesinin Kullanımı

Dördüncü Adım:

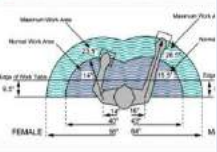


- Her "HAYIR" yanıtı yaralanma veya optimal olmayan durum anlamına gelir.
- Her bir "HAYIR" cevabı için, iş istasyonunda veya görevde yapılan değişikliklerle ilgili bir evet cevabı almak için gayret edin.
- Değişiklikler düşünürken, çalışanlar, denetçiler ve varsa diğer güvenlik uzmanlarından bilgi alın.
- Mümkün olduğunca, ekipman satın almadan önce ve çalışma alanlarını veya görevleri değiştirmeden önce değerlendirin.
- Bu süreç, ürünün kabulünü, ürünün kullanılabilirliğini ve dayanıklılığını test etmeye ve çalışanın deneyim avantajını kullanmaya yarayacaktır.




Laboratuvar Ergonomik Kontrol listesi




Ayakta yapılan işler için Tezgah-1

| Değişim / Değişiklik | |
|---|---|
|  <p>1. Tezgahın yüksekliği yapılan işe uygun mu? a. Çalışma dirsek yüksekliğine (~91-101 cm) yakın yerleştirilebilir mi? b. İş rahatlıkla yapılabilir mi?</p> | <p>✓ Yüksekliği ayarlanabilir tezgah</p>  |
| | <p>✓ Ayarlanabilir sandalye</p>  |
| | <p>✓ Zemine konulan Geçici platform</p>  |
| | <p>✓ Görevi, ayarlanabilir sandalye ile oturulan bir tezgaha taşıyın</p>  |


Ayakta yapılan işler için Tezgah-2

| Değişim / Değişiklik | |
|--|--|
|  <p>2. Tezgahta Araçlar ve malzemeler kol uzanma mesafesi (10-45 cm) içinde yer alıyor mu?</p> | <p>✓ 45 cm mesafe içinde olacak şekilde araç ve malzemeleri konumlandırın</p>  |
| | <p>✓ Döner tabla iş istasyonu, çok amaçlı depolama kutuları, pipet tutucuları, karuseller vb. Araç ve malzemeleri ihtiyacı karşılayacak şekilde düzenleyin</p>  |

| Ayakta yapılan işler için Tezgah-3 | | Değişim / Değişiklik | |
|--|---|---|---|
|  | ✓ | Alt kısmı açık tezgahta çalışmak |  |
| 3. Görevleri tamamlarken Tezgahın önünde duran personelin diz ve ayak açıklığı var mı? a. diz boşluğu için 10 cm derinlik b. ayak boşluğu için yükseklik ve derinlik 10 cm | ✓ | Malzemeleri ve ekipmanı tezgah kesim alanlarından çıkarın | |
| | ✓ | Diz ve ayak boşluğunu arttırmak için tezgah kesme yüzeyinde gerekli düzenleme yapın |  |




| Ayakta yapılan işler için Tezgah-4 | | Değişim / Değişiklik | |
|---|---|--|---|
|  | ✓ | Zeminden 15,24 cm yükseklikte ayak destek yeri yapın |  |
| 4. Zeminden 15 cm yükseklikte ayak dayama desteği var mı? | ✓ | Ayaklık kullanın |  |
| | ✓ | Tezgahın alt yüzeyinde kabini varsa, kapıyı çıkarın ve alt rafa ayak destek yeri yerleştirin | |

Ayakta yapılan işler için Tezgah-5

| Değişim / Değişiklik | | |
|----------------------|--|---|
| ✓ | Paspaslar sağlayın |  |
| ✓ | Konforlu ayakkabı ve tabanlık Kullanın |  |



5.Ayakta sürekli işlerin yapıldığı alanların zeminlerinde yorgunluğu önleyici paspas var mı?

Ayakta yapılan işler için Tezgah-6

| Değişim / Değişiklik | | |
|----------------------|--|---|
| ✓ | Keskin kenarları ortadan kaldırmak için kenar destekleri ve koruyucuları ekleyin |  |
| ✓ | Dirsekleri korumak için tezgah yüzeyinde jel pedleri kullanın |  |
| ✓ | Laboratuvar önlüğü altında özel yastıklı kılıflar giyin |  |

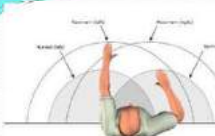


6.Tezgah kenarları temas stresini azaltma için yuvarlatılmış mı veya destek var mı?




Ayakta yapılan işler için Tezgah-7

| Değişim / Değişiklik | |
|---|--|
|  <p>7. İş istasyonları arasında sık hareket gerektiren görevler için müsait tezgah var mı?</p> | <p>✓ İstasyonlar arasındaki iş akışını optimize etmek ve hareketi azaltmak için çalışmaları yeniden tasarlayın</p>  |




Oturarak yapılan işler için Tezgah-8

| Değişim / Değişiklik | |
|---|---|
|  <p>8. Oturarak çalışanlar için tezgah kesmeleri var mı? a. Minimum 38 cm derinlik b. Minimum 50 cm genişlik</p> | <p>✓ Oturarak yapılan işler için tezgah kesmelerini yeniden tasarlayın</p>  |
| | <p>✓ Çalışırken diz boşluğunu iyileştirmek için oturaklı sandalyeler sağlayın</p>  |
| | <p>✓ Tezgah kenarından çıkıntı yapan malzeme ve ekipmanı düzenleyin</p>  |




| Oturarak yapılan işler için Tezgah-9 | |
|---|--|
| Değişim / Değişiklik | |
|  <p>9. İş öğeleri yakın mesafede mi? a. Maksimum 61 cm</p> | <p>✓ 61 cm mesafe içinde Ekipman ve malzemelerini yeniden konumlandır</p>  |
| | <p>✓ Döner tabla iş istasyonu, çok amaçlı depolama kutuları, pipet tutucuları, karuseller vb. Araç ve malzemeleri ihtiyacı karşılayacak şekilde düzenleyin</p>  |

| Oturarak yapılan işler için Tezgah-10 | |
|--|---|
| Değişim / Değişiklik | |
|  <p>10. Hassas ve yakın inceleme gerektiren görevler için oturaklı tezgah mevcut mu?</p> | <p>✓ Oturulan yerde Dengeyi sağlamak için kol desteklerini sağlayın</p> |
| | <p>✓ Oturma yeri tabureleri sağlayın</p>  |
| | <p>✓ İşi en uygun yükseklikte konumlandırmak için ayarlanabilir çalışma platformları sağlayın</p>  |





Laboratuar Sandalyeleri-11

| Değişim / Değişiklik | | | |
|--|---|---|---|
|  <p>11. Laboratuar s tüm çalışanları t sağlayacak şeki ayarlanabilir mi a. Tezgah yükse çalışma için kol yükseklği uygu b. Ayaklar zemir veya ayak dayar destekleniyor?</p> | ✓ | Ayarlanabilir yükseklik, açılı koltuklar ve arkalı sandalyeler sağlayın |  |
| | ✓ | Ayak çemberli sandalyeler sağlayın |  |
| | ✓ | Ayak desteği sağlayın |  |

Laboratuar Sandalyeleri-12

| Değişim / Değişiklik | | | |
|---|---|--|---|
|  <p>12. Koltukların Kolçakları işe engel olursa ayarlanabilir veya çıkarılabilir mi?</p> | ✓ | Omuz desteği gerektiren işlerde kolçakları ayarlayın |  |
| | ✓ | Kolçakları çıkarın |  |

Laboratuar Sandalyeleri-13

| Değişim / Değişiklik | | | |
|---|---|---|--|
|  <p>13. Uygun ayak dayayacak yer veya ayak desteği var mı?</p> | ✓ | Endüstriyel ayaklık sağlayın |  |
| | ✓ | Ayak desteğinin sandalyede olmasını sağlayın |  |
| | ✓ | Yuvarlak profilden ayak desteği veya platform kurun |  |




Laboratuar Sandalyeleri-14


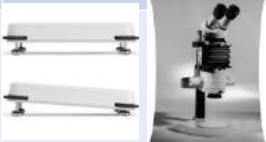

| Değişim / Değişiklik | | | |
|--|---|--|--|
| <p>14. Çalışanların sandalyeleri nasıl ayarlayacağını biliyorlar mı?</p> | ✓ | Çalışanları sandalyeyi ayarlamak için eğitin | |






Mikroskoplar-15

| | | Değişim / Değişiklik | |
|---|---|---|---|
|  <p>15. Çalışanlar rahat bir şekilde boyunu omuz ve sırt postürü ile göz merceğini görebiliyor mu? (Boyun fleksiyonu <math>< 25^\circ</math>, omuzlar rahat, sırt dik ve sandalyeyle destekleniyor mu?)</p> | ✓ | Mikroskobu yeniden konumlandır -Yüksekliği ayarlayın -Açıyı ayarlayın |  |
| | ✓ | Çalışanı yeniden konumlandır -Duruşu ayarla -Koltuk yüksekliğini ayarla -Koltuk açısını ayarla |  |
| | ✓ | Kol desteği / Ped kullanın |  |


Mikroskoplar-16

| | | Değişim / Değişiklik | |
|--|---|--|---|
|  <p>16. Mikroskop, çalışanın kolayca ulaşabileceği yerde mi? (Genellikle tezgahın kenarına yakın)</p> | ✓ | Mikroskobu yeniden konumlandır -Tezgahın önüne yaklaştırın |  |
| | ✓ | Çalışanı yeniden konumlandır -Duruşu ayarla -Tezgaha daha yakın oturun |  |






| Mikroskoplar-17 | | Değişim / Değişiklik | |
|--|---|---|--|
|  <p>17. Mikroskop, kullanıldığında uygun baş, boyun ve kol duruşlarını destekleyecek şekilde yerleştirilmiş mi?</p> | ✓ | Mikroskobu yeniden konumlandır |  |
| | ✓ | Mikroskop adaptörleri kullanın -Konumlandırma plakası -Ergo adapter -Scopease -Optik kama -Genişletilmiş eyetube -Mercek adaptörü |  |
| | ✓ | Video sistemleri kullan |  |
| | | | |

| Mikroskoplar-18 | | Değişim / Değişiklik | |
|--|---|------------------------------|---|
|  <p>18. Kollar, çalışırken yüzeyi, sandalye kol dayanağı ve uzun süreli çalışma için pedlerle destekleniyor mu?</p> | ✓ | Kol desteği kullanın |  |
| | ✓ | Ped kullanın |  |
| | ✓ | Kolçakları ayarlayın |  |
| | ✓ | Çalışanın pozisyonunu ayarla |  |

Mikroskoplar-19

| | | Değişim / Değişiklik | |
|--|---|---------------------------------------|--|
|  <p>19.Çalışan, mikroskopta çalışırken kollarıyla destekleyip rahatlıkla çalışabiliyor mu</p> | ✓ | Mikroskobu yeniden konumlandır | |
| | ✓ | Mikroskop adaptörleri kullan | |
| | ✓ | Kol desteklerini / pedlerini kullanın |  |
| | ✓ | Kolçakları ayarlayın |  |
| | ✓ | Çalışan pozisyonunu ayarla |  |

Mikroskoplar-20

| | | Değişim / Değişiklik | |
|---|---|--------------------------------------|---|
|  <p>20.Mikroskop kullanılırken yet ayak koyma yer ayak desteği var mı?</p> | ✓ | Tezgah kesiminde çalışın |  |
| | ✓ | Dağınıklığı düzenleyin ve temizleyin |  |
| | ✓ | Ayak desteği sağlayın |  |
| | ✓ | Ayak halkası sağlayın |  |

Mikroskoplar-21

| Değişim / Değişiklik | |
|----------------------|--------------------|
| ✓ | Kurum iş rotasyonu |
| ✓ | Kurum iş molaları |

21. Mikroskop çalışırken molalar veriliyor mu?

Pipetler-22

| Değişim / Değişiklik | |
|----------------------|----------------------------|
| ✓ | Kurum iş rotasyonu |
| ✓ | Kurum iş molaları |
| ✓ | Alternatif pipet kullanımı |

22. Manuel pipet kullanımı günde 7 saatten daha az süre ile sınırlandırılmış mı?

Pipetler-23



23. Pipet kullanımı günde 4 saatten fazlaysa, çok kanallı, elektronik veya mandallı pipetleri kullanılabiliyor mu?

Değişim / Değişiklik



Alternatif pipetlerin kullanımını değerlendirin
- Elektronik

- Mandal modlu

- Çok kanallı



Pipetler-24



24. Çalışanlar pipetleme görevi için uygun pipetleri seçmek için eğitildi mi?

Değişim / Değişiklik



Çalışan eğitimi

Pipetler-25



25. Raflar, tepsiler, bardaklar ve malzemeler kullanılabilir ve kolayca ulaşılacak şekilde yerleştirilmiş mi ?

| Değişim / Değişiklik | | |
|----------------------|---|--|
| ✓ | Rafları ve tepsileri sağlayın | |
| ✓ | Sarf malzemelerini yakın mesafede konumlandırın | |
| ✓ | Pipet raflarını ve organizatörleri kullanın | |

Pipetler-26



26. Uzun boyunlu beher, şişe vb yerine kısa olanlar tercih ediliyor mu?

| Değişim / Değişiklik | | |
|----------------------|------------------------------------|--|
| ✓ | Kısa beher, şişe vb. sağlayın | |
| ✓ | Kısa uçlar ve tüpler sağlayın | |
| ✓ | Kısa / açılı atık kapları sağlayın | |

Pipetler-27



27. Pipetle çalışmalarda çalışanların omu kol bilek postürü uygun mu?

| Değişim / Değişiklik | |
|----------------------|--------------------------------|
| ✓ | Çalışanlara postür eğitimi |
| ✓ | Çalışma pozisyonunu ayarla |
| ✓ | İş istasyonu kurulumunu ayarla |








Pipetler-28




| Değişim / Değişiklik | |
|----------------------|---|
| ✓ | İş molaları veya iş rotasyonu uygulayın |

28. Dinlenmek için molalar veriliyor mu?

Mikro işlemler -29

| Değişim / Değişiklik | | |
|---|--|---|
|  <p>29. Penslerin maşaların uzun süre kullanımlarında statik sıkıştırma kuvvetlerini azaltmak için kilit mekanizmaları, sıkma halkalı adaptörler var mı?</p> | <p>✓ Uygun cımbız, maşa, pens sağlayın</p> <ul style="list-style-type: none"> -Sıkma halkaları -Pedli/ süngerli saplar -Kendi kendine kapanan -Düşük kuvvetle çalışanlar |     |
| | <p>✓ Alternatif parmaklar / eller</p> | |

Mikro işlemler -30

| Değişim / Değişiklik | | |
|---|---|---|
|  <p>30.Şişelerin vidaları kolay açılıyor mu?</p> | <p>✓ Kolay açılan kapakları sağlayın</p> |  |
| | <p>✓ Minimal sayıda vida dişi olan şişeler sağlayın</p> |  |

Mikro işlemler -31



Değişim / Değişiklik

- ✓ Tüp, şişe kapak açıcı aparatlar sağlayın



31.Kapak açıcılar mevcut mu?

Mikro işlemler -32



32.Test tüplerini veya diğer malzemeleri uzun süre boyunca tutulmasıyla bağlantılı statik duruşları en aza indirmek için kelepçeli ayaklı sehpa mevcut mu?

Değişim / Değişiklik





- ✓ Tüpler ve diğer malzemeler için kelepçeleri sağlayın






- ✓ Raflar, tutucular, veya diğer düzenleyici malzemeleri sağlayın







Microtome/Cryostat-33

| Değişim / Değişiklik | | | |
|--|---|--|--|
|  <p>33. Çalışanlar mikrotomu tabanca tutma pozisyonunda çalıştırabilir mi? (Önkol ve el sıkışma pozisyonunda hizalanmış bilek</p> | ✓ | Çalışanı yeniden konumlandır | |
| | ✓ | Mikrotomun yüksekliğini, açısını veya konumunu yeniden konumlandır |  |
| | ✓ | Çalışanların çalışma duruşlarında eğitimi | |
| | ✓ | Ayakla çalışmayı düzenleyin |  |
| | ✓ | Kol pozisyonunu değiştir |  |



Microtome/Cryostat-34

| Değişim / Değişiklik | | | |
|---|---|---|---|
|  <p>34. Ekipmanı yeterli bacak ve diz açıklığına müsaade eden bir tezgaha yerleştirilmiş mi?</p> | ✓ | Uygun Tezgah kesiminde çalışın |  |
| | ✓ | Mikrotom / kriyostat çevresinde çalışmaya engel olmayan açık alan |  |




Microtome/Cryostat-35

| Değişim / Değişiklik | | |
|---|--|---|
|  <p>35. Mikrotomda veya kriyostatta sırt ve ayak desteği sağlama ayarlanabilir bir koltuk var mı?</p> | ✓ Ayarlanabilir koltuk sağlayın |  |
| | ✓ Geriye yaslanma pozisyonunda çalışırken baş destekli koltuk sağlayın |  |
| | ✓ Numunelerin görünümünü iyileştirmek için mikrotom veya kriyostat görüntüleme sistemi |  |

Microtome/Cryostat-36




| Değişim / Değişiklik | | |
|---|---|---|
|  <p>36.Çalışanların yüksek yoğunluklu / hacimli çalışma için elektronik mikrotom / kriyostata erişimi var mı?</p> | ✓ Yüksek hacimli iş yükleri için elektronik kriyostat |  |

Çeker ocaklar-37

| Değişim / Değişiklik | | |
|---|---|---|
|  | ✓ Çeker ocak altında uygun bacak ve diz alanı oluştur |  |
| | ✓ Uygun tabure kullanın |  |





37. Çeker ocakta çalışırken uygun oturma pozisyonlarını desteklemek için kabin altında bacak, diz boşluğu var mı?

Çeker ocaklar-38




| Değişim / Değişiklik | | |
|---|---|---|
|  | ✓ Yüksekliği ayarlanabilir davlumbaz veya kabin |  |
| | ✓ Kullanım yüksekliği ayarlanabilir tabure / sandalye |  |

38.Çalışanlar, otururken veya ayakta dururken omuzlarını rahatça kullanabiliyor mu?

Çeker ocaklar-39

| | | Değişim / Değişiklik | |
|---|---|---------------------------|---|
|  <p>39. Yumuşak do sıkıştırmasını azaltmak için pe kullanılabilir mi (kenar dolgu ve kol pedleri)?</p> | ✓ | Dirsek pedleri kullanın |  |
| | ✓ | Kenar dolgu kullanın |  |
| | ✓ | Kol desteklerini kullanın |  |

Çeker ocaklar-40

| | | Değişim / Değişiklik | |
|---|---|---|---|
|  <p>40. Çeker ocak içine aşırı yayılmayı önlemek için malzemeler mümkün olduğunca yakın yerleştirilmiş mi?</p> | ✓ | Malzeme ve ekipmanları yakın mesafede yerleştirin |  |
| | ✓ | Döner tablalar, açılı platformları kullanın |  |

Çeker ocaklar-41



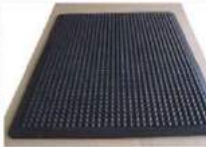
41. Uzun boyunlu beher şişe vb yerine kısa olanları tercih ediliyor mu?

Değişim / Değişiklik

- ✓ Mümkün olduğunda daha kısa uzunluktaki pipetler, uçlar, tüpler ve kaplar kullanın
- ✓ Şişeleri, uçları ve kapları, ulaşılması kolay yükseklik ve açılarda konumlandırın.



Çeker ocaklar-42








42. Çalışanlar günde 4 saatten fazla ayakta çalışıyorsa, yorgunluğu önleyici paspas kullanılıyor mu?

Değişim / Değişiklik




- ✓ Yorgunluk önleyici paspaslar sağlayın
- ✓ Ergonomik tabanlık ve ayakkabı sağlayın
- ✓ Destekleyici konforlu ayakkabı sağlayın



Diğer -43

| | | Değişim / Değişiklik | |
|---|---|----------------------------|---|
|   43. Sıvıları yeter miktarda aktarm için damacana ve şişe ağzlarında uygun şişe dağıtıcılar ve bidonların alt kısımlarında muslukları var mı? | ✓ | Şişe dağıtıcıları sağlayın |  |
| | ✓ | Bidonlara musluk sağlayın |  |
| | ✓ | Kulplu şişeler sağlayın |  |

Diğer -44

| | | Değişim / Değişiklik | |
|---|---|---|---|
|  44. Sarf malzemeleri için tahsis edilmiş yeterli ve uygun depolama var mı? a) Sarf malzemeleri için yeterli alan var mı? b) Düşük raflarda ağır şişeler ve kutular depolanmış mı? | ✓ | Sarf malzemeleri için depolama alanı sağlayın |  |
| | ✓ | Ağır eşyaları dizler ve göğüs seviyesi arasındaki raflara yerleştirin |  |

Diğer -45**Değişim / Değişiklik**

Karışıklığı ve dağınık alanları temizle



Uygun depolama alanları oluşturun



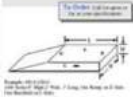
45. Tezgah altları yüzeyleri ve diğer uygun olmayan yerlerde malzeme ve ekipman uygunsuz şekilde depolanıyor mu?

Diğer -46**Değişim / Değişiklik**

Kavanoz vb. kapak açıcıları sağlayın



46. Kavanoz vb. kapakları kolay açılıyor mu?

Diğer -47**Değişim / Değişiklik**

- ✓ Platformları veya yükseltilmiş çalışma alanlarını sağlayın (Güvenlik sorunlarını göz önünde bulundurun ve kullanmadan önce düşme riskini azaltın)



47. Uzun süreler boyunca göğüs seviyesinin üzerinde kol gücü ile malzeme kaldırma gerektiren görevler için geçici platformlar mevcut mu?

Diğer -48**Değişim / Değişiklik**

- ✓ Sık kullanılan ürünler için kutu ve raflar sağlayın



48. Sık kullanılan ürünler için yeterli kutular ve raflar var mı?

Diğer -49

Değişim / Değişiklik



Uygun taşıyıcı kaplar sağlayın



49.Şişeleri, kaplı taşımak için uygun taşıyıcı kaplar var mı?





4.Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliđi
Sempozyumu ve Sergisi



YEŐİL LABORATUVAR: İdealden pratiđe...

Veli Deniz
Kocaeli Dayanışma Akademisi (KODA)

25-27 Nisan 2018




KODA
KOCAELİ DAYANIŐMA
AKADEMİSİ

KMO İstanbul Őb.

“Őeytanın avukatlıđı”nı yapmak...

- ✓ “YeŐil” nedir?
- ✓ Artık “YeŐil laboratuvar”ı g¼ndeme alma zamanı gelmedi mi?
- ✓ “Standartlar” “yeŐilleŐtirilebilir mi?
- ✓ “YeŐilleŐtirme” akreditasyonu nasıl etkiler?
- ✓ “Dođruluk” etkilenir mi?



Yanıtınız "EVET" ise

- ✓ "Hangi laboratuvarlar?"
 - Üniversite laboratuvarları
 - Üretim-İşletme Laboratuvarları
- ✓ Özel sektör Laboratuvarları
- ✓ Kamu Laboratuvarları
- ✓



Yeşil = Çevre dostu



Nelerle uğraşmışım, neler yazmışım?

Hikaye 2003 yılında yazdığım **"Hangisi daha yeşil? (12+12 Temel İlke)"** yazısı ile başladı. Geçen o yazıyı aradım. Meğer başka yazılar da yazmışım...

Google hangisi daha yeşil

Tümü Görseller Haberler Videolar Alışveriş Daha fazla Ayarlar Araçlar

Yaklaşık 852.000 sonuç bulundu (0,39 saniye)

Hangisi Daha Yeşil, Hangisi Daha Çevre Dostu?
www.cevrecliyiz.com/Upload/Docs/CevreAkademisi/.../20_veli%20deniz%20makale.p...
Plastikler hayatımızın her aşamasında yanı başımızdalar. Sabahları kullandığımız çöp fırcalarımızdan, günün sonunda taşıdığı- mız çöp torbalarına kadar hep bizimle bir- likteler. Plastiklerin geçmişiyle ilgili önemli birkaç kilometre taşından bahsedecek olursak; ilk plastik sandviç peketlerinin, 1957 yılından itibaren ...

HANGİSİ DAHA YEŞİL? (12 + 12 Temel İlke) - KimyaMuhendisi.com
www.kimyamuhendisi.com/index.php/makaleler/698-hangisi-daha-yesil
30 Kas 1999 - Bu nederle , yeşil kimya yaklaşımda, atık olgumu, enerji ve doğal kaynak kullanımının azaltılması gibi birçok konuda çaba sarf edilmesi gerekmektedir. İki kimyasal süreç hangisinin çevresel olarak "daha kabul edilebilir", ya da daha "yeşil" olduğunu hızlı bir şekilde değerlendirmek için tüm akademik ...

KODA

19.01.2018

HANGİSİ DAHA YEŞİL? (12 + 12 Temel İlke)

f (https://www.facebook.com/groups/kimyamuhendisi) t (https://twitter.com/suleymandevci)

in (https://www.linkedin.com/groups/Kimya-M%C3%BChendisi-3806321?home=&gid=3805321&trk=anet Ug_hm)

KimyaMuhendisi.com (/)

Kimya Bilen (!) Mühendisler...

MAKALELER

HANGİSİ DAHA YEŞİL? (12 + 12 Temel İlke) (/index.php/makaleler/698-hangisi-daha-yesil)

▲ Prof. Dr. Veli Deniz ■ Makaleler (/index.php/makaleler) 📅 30 Kasım 1999 ● Gösterim: 21969



İnsanoğlu yüzyıllardan beri hayatı kolaylaştırma ve yaşam kalitesini artırmaya çalışmaktadır. Bu amacı gerçekleştirmek için üretilmekte olan sentetik maddeler artık modern toplumların yaşamında önemli bir yer tutmaktadır. Dünyamız üretilmekte olan kimyasal maddelerle doludur. Halen bilinen kimyasal madde sayısı 12 milyon üzerindedir. Her hafta yaklaşık 6.000 yeni kimyasal keşfedilmekte ve bu listeye katılmaktadır. Günlük kullanımda olan madde sayısı 70.000 dolayındadır.

Bu maddeler bir yandan günlük yaşamımızı kolaylaştırırken, diğer yandan yarattığı çevre ve sağlık tehlikeleri insanlığı tehdit etmektedir. Hızlı ve bilinçsiz sanayileşmenin yarattığı bu sorunlar 1970'li yıllardan itibaren artmış ve tartışılmaya başlanmıştır. Bu tartışma toplumsal bilincin ve çevre duyarlılığının artmasına koşut olarak giderek artmaktadır. Tartışmalar ne yazık ki endüstriyel tesislerin ürettikleri atıklar ve atık yönetimi ile sınırlı kalmaktadır.

<http://www.kimyamuhendisi.com/index.php/makaleler/698-hangisi-daha-yesil>

(12+8) ve açamadığım ders

MKM354 Yeşil Kimya ve Temiz Üretim Teknolojileri

*Yeşil Kimya Nedir?, Yeşil Kimyanın İlkeleri,
Yeşil Kimya ve Sürdürülebilir Kalkınma,
Yaşam Çevrimi Çözümlemesi, Katalizörlerin Yeşil
Kimyada Kullanımı, Biyokatalizörler ve Yeşil Kimya,
Yeni çözücü ve kimyasallar,
Yeşil Ayırma Süreçleri, Yeşil mühendislik
Endüstriyel Örnekler/Olay İncelemeleri,
Gelecek Eğilimler*

2010-2011 ve 2012 yıllarında dersi açtım. En az 10 öğrenci seçmediği için ders açılmadı.
Ne de olsa ZOR HOCAyıml..

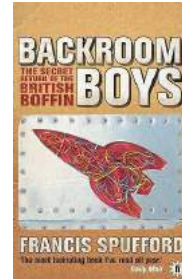
Mükemmel bir mühendislik tanımı...

Mühendislik öncelikle **mümkün olanın** sanatıdır.
Mühendislik, insanca mümkün olanla maddesel olarak mümkün olanın birleştiği yerde gerçekleşir.

Rotası ise inatçı malzemeyi işlemek adına süren sonsuz mücadelenin yanısıra; toplumun gündemi, öncelikleri, kaynakları, umutları ve yanılsamaları tarafından da şekillenir.

Mühendislik; bilimin yaşama biçimimizle kesiştiği yerdedir.

Francis Spufford: Backroom Boys(2003)



Düşünsel model(paradigma) değişikliği

-Yeşil kimya

- Yeşil mühendislik

- Yeşil Teknoloji

- Yeşil Laboratuvar

- YEŞİL DÜŞÜNCE

Doğayı fethetmek değil, doğa ile bütünleşmek
(hemhal olmak) mümkün mü?



YEŞİL KİMYA (Green Chemistry)

Azaltma



Atıklar

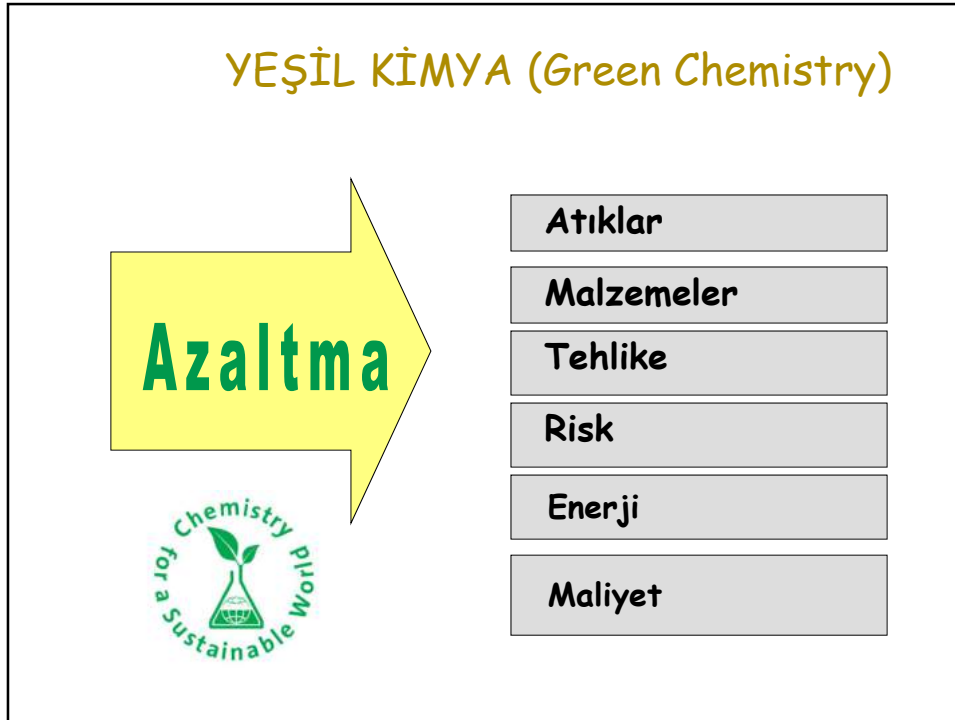
Malzemeler

Tehlike

Risk

Enerji

Maliyet



Yeşil kimyanın 12 temel prensibi*

1. Önleme
2. Atom ekonomisi
3. Tehlikeli kimyasalların azaltılması
4. Güvenli kimyasalların tasarımı
5. Güvenli çözücüler ve yardımcı maddeler kullanımı
6. Enerji tasarrufu
7. Yenilenebilir besin kaynaklarının kullanımı
8. Yan ürünlerin azaltılması
9. Katalizör kullanımı ile verim arttırma
10. Bozunmanın(kolay bertaraf) tasarımı
11. Kirliliği önlemesi için gerçek zamanlı izlenme ve çözümle
12. Kazaların önlenmesi için kendinden güvenli kimya

*) **Kaynak:** Anastas, P. T.; Warner, J. C. *Green Chemistry: Theory and Practice*, Oxford Univ.Press, Oxford, (1998.)



YEŞİL MÜHENDİSLİK (Green Engineering)



13

Yeşil mühendislik

Yeşil mühendislik, **tasarım, ticarileştirme** ve ürün ya da süreçlerin kullanımında uygulanabilir ve ekonomik yöntemler kullanırken **kirliliği kaynağında azaltma**, insan sağlığına ve çevreye olan **riski enküçükmektir.**



Yeşil mühendisliğin 12 temel prensibi*

1. Malzeme ve enerji raslantısal değil, kendinden zehirsiz olmalı
2. Arıtmadan ziyade kirliliği önleme
3. Ayırma ve saflaştırma proseslerinin tasarımı
4. Süreç ve ürün verimliliğini enbüyükle
5. Girdilerin itmesi değil, çıktıların çekmesini öncelikle
6. Karmaşıklığı koru
7. Ölümsüzlük yerine dayanıklılığı tercih et.
8. İhtiyaçları karşıla, aşırılıktan kaçın.
9. Malzeme çeşitliliğini azalt.
10. Malzeme ve enerji akışını tümleştir.
11. Ticari ömürden sonrasında da tasarla
12. Azaltmadan ziyade yenilenebilir.

*) **Kaynak:** Anastas, P. T., and Zimmerman, J.B. (Environmental Science and Technology, March 1, 95A-, (2003).

Yeşil mühendisliğin 12 temel prensibi*

*S.L.Y. Tang ve diğ. Green Chemistry, 7, sayfa 761 (2005).

| Yeşil Mühendisliğin İlkeleri | | |
|------------------------------|--|---|
| | İngilizce | Türkçe |
| I | Inherently non-hazardous and safe | Doğuştan tehlikesiz ve güvenli |
| M | Minimize materials diversity | Malzeme çeşitliliğini enküçüle |
| P | Prevention instead of treatment | Aritma yerine önleme |
| R | Renewable material and energy input | Yenilenebilir malzeme ve enerji girişi |
| O | Output-led design | Çıktının sürüklediği tasarım |
| V | Very simple | Çok basit |
| E | Efficient use of mass, energy, space & time | Kütle, enerji, hacim ve zamanın etkin kullanımı |
| M | Meet the need | Gereksinimin karşılanması |
| E | Easy to separate by design | Kolay ayrılabilir tasarım |
| N | Networks for exchange of local mass & energy | Yerel enerji ve kütlenin değişimi için ağlar |
| T | Test the life cycle of the design | Tasarımın yaşam çevrimini test edin. |
| S | Sustainability throughout product life cycle | Ürün yaşam çevrimi yoluyla sürdürülebilirlik |

Yeşil mühendisliğin 12 temel prensibi*

*S.L.Y. Tang ve diğ. Green Chemistry, 7, sayfa 761 (2005).

| | |
|----------|--|
| A | Aritma yerine önleme |
| M | Malzeme çeşitliliğini enküçüle |
| E | Enerji, kütle, hacim ve zamanın etkin kullanımı |
| L | Lokal(yerel) kütle ve enerji değişimi için ağlar |
| İ | İhtiyaçları karşıla |
| Y | Yapısı itibariyle doğuştan tehlikesiz ve güvenli |
| A | Ayırması kolay tasarım |
| T | Tasarımın yaşam çevrimini test edin |
| H | Hayat(yaşam) çevrimi yolu ile sürdürülebilirlik |
| A | Artık çok basit |
| N | Neticede oluşan ürünlerin(çıktı) sürüklediği tasarım |
| E | Enerji ve malzeme girişi yenilenebilir şekilde |

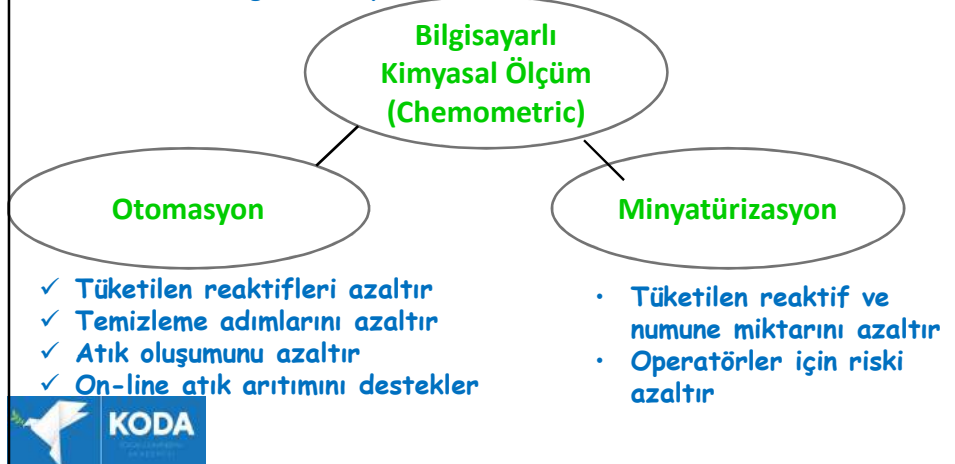
Yeşil kimyanın 12 temel prensibi*

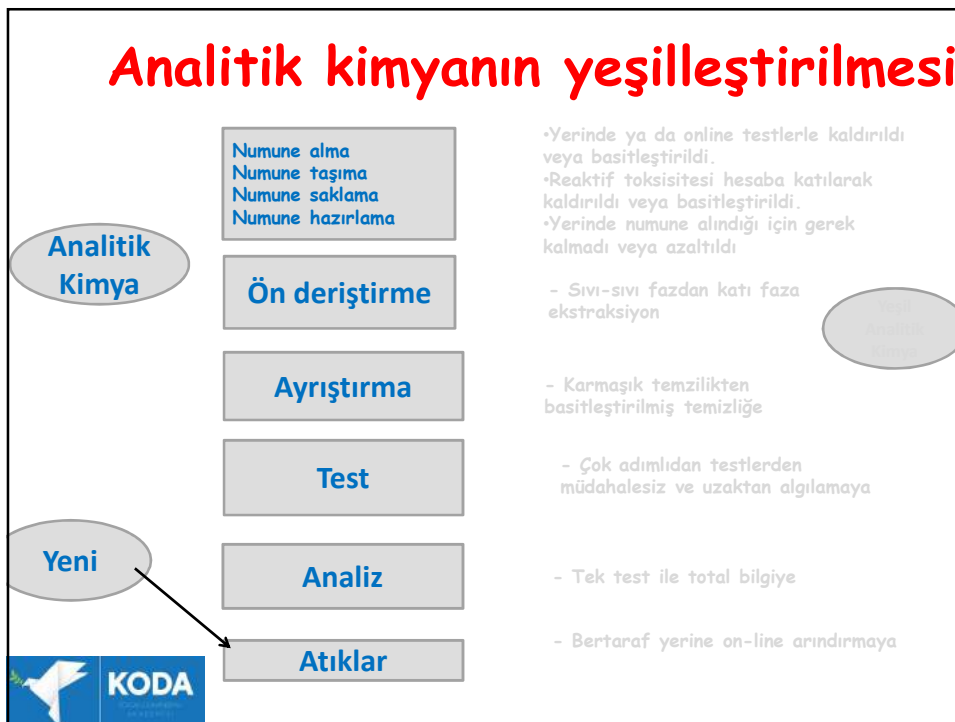
*S.L.Y. Tang ve diğerleri., *Green Chemistry*, 10, sayfa268 (2008)

| | | |
|----------|-----------------------------------|---------------------------------------|
| P | Prevent wastes | Atıkları önle |
| R | Renewable materials | Yenilenebilir malzemeler |
| O | Omit derivatization steps | Türevlendirme adımlarını dahil etmeme |
| D | Degradable chemical products | Bozunur kimyasal ürünler |
| U | Use of synthetic methods | Sentetik metotlar kullanma |
| C | Catalytic reagents | Katalitik belirteçler |
| T | Temperature, pressure ambient | Ortam sıcaklığı ve basıncı |
| I | In-process monitoring | Süreç içi görüntüleme |
| V | Very low auxiliary substances | Çok az yardımcı maddeler |
| E | E-factor, maximize feed in factor | E-faktöründe beslemeyi enbüyükleme |
| L | Low toxicity of chemical products | Kimyasal ürünlerin düşük zehirliliği |
| Y | Yes, it's safe | Evet ,şimdi güvenli |

Yeşilleştirme Stratejileri

- ✓ Analitik sinyallerden alınan bilgiyi artırır
- ✓ Çok parametrelili veriler sağlar
- ✓ Herbir parametrenin belirlenmesi için ayrı yöntem gereksinimini ortadan kaldırır
- ✓ Uzaktan algılama kapasitelerini güçlendirir



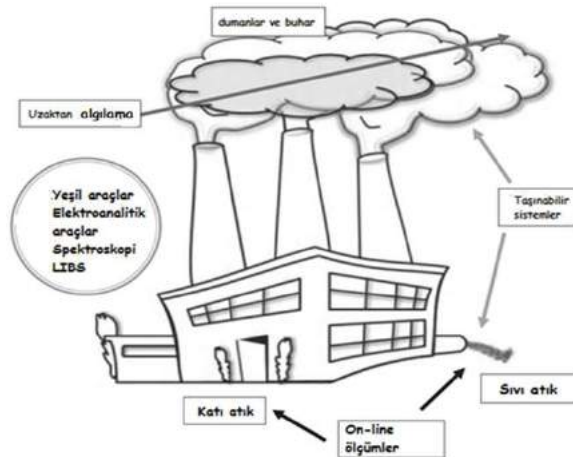


Analitik kimyanın yeşilleştirilmesi

- Yerinde ya da online testlerle **numune alma** kaldırıldı veya basitleştirildi.
- Reaktif toksisitesi hesaba katılarak **saklama** kaldırıldı veya basitleştirildi.
- Yerinde numune alındığı için **numune hazırlamaya** gerek kalmadı veya azaltıldı
 - Sıvı-sıvı fazdan katı faza ekstraksiyon ile **ön deriştirmeye** ihtiyaç yok.
- Karmaşık temizlikten **basitleştirilmiş temizliğe**
- Çok adımlı testlerden **müdahalesiz ve uzaktan algılamaya**
- Tek test ile tüm bilgilere ulaşma
- **Bertaraf** yerine on-line arıtmaya



Yeşil analitik araçlar



Yeşil analitik araçların endüstriyel alandaki atık ve emisyon kontrolünde kullanımı



Araçlar (Yeşilölçer!)

- Yaşam Döngüsü Değerlendirmesi (Life Cycle Assessment, LCA)
- Ürünün su ayak izi (Product Water Footprint, WF)
- Kütle Ölçümü ve Analizi (Mass metric, mm)



Yaşam Döngüsü Değerlendirmesi (LCA)



LCA ve TSE

TS EN ISO 14040
Haziran 2007
ICS 13.020.10; 13.020.60

**ÇEVRE YÖNETİMİ - HAYAT BOYU DEĞERLENDİRME -
İLKELER VE ÇERÇEVE**
Environmental management - Life cycle assessment - Principles
and framework

 **TÜRK STANDARDI TASARISI**
DRAFT TURKISH STANDARD


TS EN ISO 14044
Haziran 2007
ICS 13.020.10; 13.020.60

**ÇEVRE YÖNETİMİ - HAYAT BOYU DEĞERLENDİRME -
GEREKLER VE KILAVUZ**
Environmental management - Life cycle assessment -
Requirements and guidelines

Ürünün su ayak izi...

**Herhangi bir ürünün üretim esnasında kullanılan
temiz suyun miktarıdır, üretim zincirindeki farklı
adımların toplamı ile bulunur.**

**Su ayak izi suyun ne zaman ve nerede kullanıldığına
dair zamansal ve mekânsal boyutları içerir. Bir
yerdeki su tüketimi ile başka bir yerdeki su
sistemleri arasındaki bağlantıyı kurar.**







Kütle ölçümü parametreleri (mass metric)

| | | | |
|---|---|--|--------------------|
| 1 | Tepkime Verimi (Reaction yield , RY) | (Elde edilen ürün mol sayısı)/ (Beklenen ürün mol sayısı) | $0 < RY < 1$ |
| 2 | Atom Ekonomisi (Atom economy, AE) | (Ürünün molekül ağırlığı / (Girdilerin molekü ağırlıkları toplamı) | $0 < AE < 1$ |
| 3 | Karbon Ekonomisi (Carbon economy, CE) | (Üründeki karbon miktarı / (Girdilerdeki karbon miktarı) | $0 < CE < 1$ |
| 4 | Çevresel Faktör (Environmental factor, E) | Atığın kütlesi (kg) / Ürünün kütlesi (kg) | $0 < E < \infty$ |
| 5 | Proses kütle yoğunluğu (Process mass intensity, PMI) | Kullanılan kimyasalların kütlesi (kg) / Ürünün kütlesi (kg) | $0 < PMI < \infty$ |
| 6 | Enerji Verimliliği (Energy Efficiency, Ee) | (Ürün kütlesi (kg) / Enerji tüketimi (kJ) | $0 < Ee < \infty$ |



Ya laboratuvarlar için ?

Bir
laboratuvarda
verilen
hizmetin yeşil
olduğuna
nasıl karar
vereceğiz?

Yeşilölçer!..

Yeşilmetre???



"Yeşil ürün" için ölçütler...

Aşağıdaki özelliklerden bir veya daha fazlasını sağlayan ürün/kimyasallar **YEŞİL** kabul edilebilir:

- ✓ CFCs, HCFCs veya diğer ozon azaltıcı içermeyen
- ✓ kendisi toksik madde içermeyen ve üretimi esnasında toksik yan ürün çıkmayan
- ✓ tamamen veya kısmen yeniden kullanılabilen
- ✓ kolayca geri dönüşümü yapılabilen
- ✓ Enerji verimli
- ✓ İç hava kalitesini olumlu etkileyen (az VOC...)
- ✓ Dayanıklı ve daha az bakım gerektiren
- ✓ Geri dönüştürülmüş malzeme içeren
- ✓ doğal ve/veya yenilenebilir kaynak ile üretilen
- ✓ üretimi ve taşınması daha az enerji kullanılmış olan



"YEŞİL" Sertifikalandırma ...

- **US Green Building Council LEED.**
- Yeşil bina



- **Energy Star :**
- EPA yeşil üretim sertifikası



- **SFI :**
- ABD de bir STK sertifikası



- 4
- **Green Star :**
- - Çevre dostu yöntemle üretildiğini gösterir



- **GreenBlue**
- Sürdürülebilir pratik çevresel çözümler



- **Green Guard**
- İç hava kalitesi garantili



Yeşil Laboratuvar'a doğru...

YEŞİL LABORATUVAR: İdealden pratiğe...



Aşama 1: Çevre dostu ekipmanlar

- **Buzdolabı ve derin dondurucular**
 - Enerji verimli olmalı
- **Su arıtma**
 - Kimyasal kullanılmamalı, enerji verimli olmalı
- **Santrifüjler**
 - CFC-free
 - Enerji verimli
- **Biyolojik kabinler**
 - Enerji verimli



Aşama 2: Çevre dostu aparatlar...

- **Elektrotlar**
 - Civa içermemeli
- **Termometreler**
 - Civa içermemeli
- **Hesap makinaları**
 - Güneş enerjisi (solar)



Aşama 3: sarf malzemeleri

- **Pipetler**
 - Geri dönüştürülebilir paket içinde
- **Temizlik malzemeleri**
 - Biyobozunur olan
- **Eldivenler**
 - Daha az paketlenme malzemesi içeren

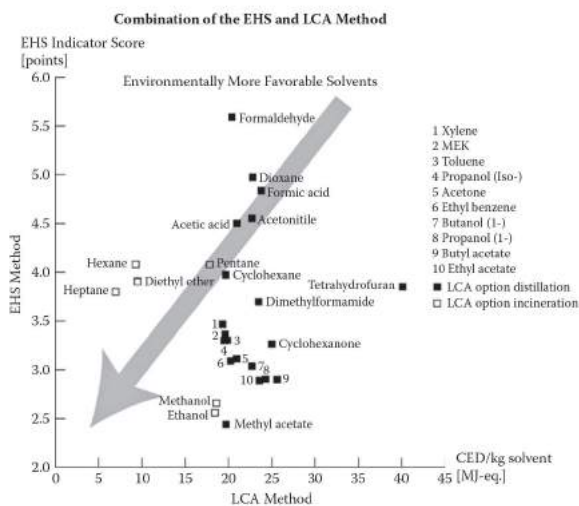


Aşama 3: çevre dostu kimyasallar

- Sağlığa zararlı madde içermeyen analiz kitleri (Örn: No guanidine or B-mercaptoethanol)
- **EcoSafPak**
 - Geri dönüşümlü ambalaj



"Yeşil çözücüler"



Kaynak: Green Organic Chemistry in Lecture and Laboratory, Ed. Andrew P. Dicks, CRC Press (2012)

Çözücü seçimi

GSK Solvent Selection Guide

| | Few issues (a-c) | Some issues (a-c) | Major issues |
|------------------|---|--|--|
| Chlorinated |before using chlorinated solvents, have you considered TBME, isopropyl acetate, ethyl acetate, 2-Methyl THF or Dimethyl Carbonate? | | Dichloromethane ** Carbon tetrachloride ** Chloroform ** 1,2-Dichloroethane ** |
| Greenest Option | Water (a-c) | | |
| Alcohols | 1-Butanol (a-c) 2-Butanol (a-c) | Ethanol/IMS (a-c) t-Butanol (a-c) Methanol (a-c) | 2-Methoxyethanol ** |
| Esters | t-Butyl acetate (a-c) Isopropyl acetate (a-c) Propyl acetate (a-c) Dimethyl Carbonate (a-c) | Ethyl acetate (a-c) Methyl acetate (a-c) | |
| Ketones | | Methyl isobutyl ketone (a-c) Acetone (a-c) | Methyl ethyl ketone |
| Aromatics | | p-Xylene (a-c) Toluene ** (a-c) | Benzene ** |
| Hydrocarbons | | Isooctane (a-c) Cyclohexane (a-c) Heptane (a-c) | Petroleum spirit ** 2-Methylpentane Hexane |
| Ethers | | t-Butyl methyl ether (a-c) 2-Methyl THF (a-c) Cyclopentyl methyl ether (a-c) | 1,4-Dioxane ** 1,2-Dichloroethane ** Tetrahydrofuran Diethyl ether |
| Dipolar aprotics | | Dimethyl sulfoxide (a-c) | Dimethyl formamide ** N-Methyl pyrrolidone ** N-Methyl formamide ** Dimethyl acetamide ** Acetonitrile |

** = EHS Regulatory Alerts; please consult the detailed solvent guide and the GSK Chemicals Legislation Guide for more information <http://solventguide.gsk.com/>



EcoSafPak™ just got greener!

- The EcoSafPak is now produced by an SFI certified manufacturer!



- For additional information on SFI program, go to <http://www.sfiprogram.org>.



Laboratuvarın yeşilleştirilmesi (Akademiden bir örnek)

2014 yılında bir grup

- öğretim üyesi
- çalışan ve
- öğrenci

araştırma ve öğrenci laboratuvarlarının
YEŞİLLEŞTİRİLMESİ için bir proje başlatmışlar.



<https://www.safety.duke.edu/>



Yeşil Laboratuvar Sertifikalandırması

- ✓ Kılavuz yayınlandı
- ✓ Kontrol listesi yayınlandı
- ✓ Değerlendirme ve belgelendirme



- ✓ Min. Gereker **BRONZ**
- ✓ MG + mümkün iyileştirmelerin %50'sini gerçekleştiren **GÜMÜŞ**
- ✓ MG+mümkün iyileştirmelerin %90'ı gerçekleştiren **ALTIN**



Araştırma lab. enerji kullanımı

- ✓ Araştırma laboratuvarları enerji yoğunluğu kampüsün diğer yerlerine göre 5 kat fazla
- ✓ Çeker ocaklar ÇOK enerji tüketiyor (5.000 \$/yıl)
- ✓ Derin dondurucular için 1.200 \$/yıl



Enerji kullanımı aksiyonları

- ✓ Çeker ocaklar sertifikalı olacak (kapak/çekiş)
- ✓ Derin dondurucular: bakımlı olacak, enerji verimli,içeriğe uygun boyut tercihi
- ✓ Kullanılmayan ekipmanların kapatılması



Su tasarrufu aksiyonları

- ✓ Tek kademeli soğutucular iptal edildi
- ✓ Su ile çalışan aspiratörler iptal edildi
- ✓ Saf su kullanımı minimize edilmesine çalışıldı



Araştırma lab. Atık yönetimi

2011: 72,495 pounds (32,9 TON)
tehlikeli atık

2013: 87,000 pounds (39,5 TON) olması
bekleniyor

Toplam kimyasal atıklarının %25 i
TEHLİKELİ ATIK



kimyasal depolama ve kullanımı

Yeşil Lab. Sertifikalaması için:

- Çevre ve İSİG ofisi (OESO) Lab auditleri
- Kimyasal envanterinin güncellenmesi
- Kimyasal kullanımı/depolamanın minimizasyonu
- Diğer laboratuvarlar ile ortak kullanım
- Yeşil satınalma (Energy Star, green vendor, minimize packaging)



Geride dönüşüm ve atık azaltma

Yeşil Lab. Sertifikalaması için:

- Atık ayrıştırma ve cam, metal, kağıt ve karton geride dönüşümü
- Elektronik atıkların geride dönüşümü
- Strafor gibi ambalaj malzemelerin geride dönüşümü
- Basılı dergi/ yerine elektronik dergi aboneliği
- Çalışma alanında bozuk ekipman, pil vb olmamalı



Tasarruf projesi: Hücre çoğaltma dolabı

- Mevcut 8 adet 400W metal Halojen ve 6 adet 60W akor ampul (Toplam 3560W)
- 4 adet "Philips Elite Agro™ 315W seramik metal halojenür lambası ile değiştirildi (Toplam 1260W)
- Aydınlatma aynı
- Dönüşüm maliyeti (\$2.700)



Tasarruf projesi: Hücre çoğaltma dolabı

Elektrik tasarrufu - 1012 \$/yıl

HVAC Tasarrufu - 1259 \$/yıl

Geri ödeme süresi = 14 ay



Tasarruf projesi:Çeker ocak kapağı



Tasarruf projesi:Çeker ocak kapağı



"Yeşil Lab." Sertifikasyonu

- Öz değerlendirme (Self-assessment)
- İnnovasyon
- Özgün yeşilleştirme örnekleri
- > 40 Duke lab. sertifikalandırılmış



Tasarruf projesi: Öğrenci lab. havalandırması

- 30 kadar öğrenci laboratuvarının havalandırması izlenerek programlandı.
- Çok havalandırma gerektiren laboratuvarlar kullanılmadığı zamanlarda havalandırması düşürüldü.
- Davlumbaz ve çeker ocak çekişleri düşürüldü.



Tasarruf projesi: Öğrenci lab. havalandırması

Enerji kullanımında tasarruf : % 10

Proje Maliyeti : 915.000 \$

Yıllık tasarruf: 232.000 \$



Yarın 28 Nisan...

"WORKERS' MEMORIAL DAY"



28 NİSAN
ÖLENLERİ AN, KALANLAR İÇİN MÜCADELE ET!
İş Cinayetlerini ve Meslek Hastalıklarını
Nasıl Durdurabiliriz? Meslek hastası işçiler ve
Adalet Arayan İşçi Aileleri ile konuşuyoruz.

28 NİSAN CUMARTESİ
14:00 - 18:00
Şişli Belediyesi
Nazım Hikmet Kültür ve Sanat Evi'nde
Salon Toplantısı

28 NİSAN CUMARTESİ
19:00
Fransız Kültür Merkezi
Önünde Buluşuyoruz
Galatasaray Lisesi'ne Yürüyoruz

**ADALET ARAYAN
İŞÇİ AİLELERİ**
iscinayetleriniunutma.org



Yarın 28 Nisan...

**"WORKERS'
MEMORIAL
DAY"**



28 NİSAN İş Cinayetlerinde
Hayatını Kaybeden İşçileri
ANMA ve YAS GÜNÜ

İş cinayetlerini
UNUT madık
turmayacağız

BİRLEŞİK METAL-İŞ



28 Nisan
Anma Günü
HC Posterleri:
'Workers'
Memorial Day'

Hitap edilen:
İŞVEREN, İŞÇİ
DEĞİL!

BAHANESİ YOK!

**Çünkü işçi sağlığı
ve güvenliği
şakaya gelmez!**



İleri okumalar için ...

Green Industrial Analysis

Sergio Armenta and Miguel de la Guardia

Department of Analytical Chemistry, University of Valencia, Valencia, Spain

JOURNAL OF
CHEMICAL EDUCATION

Reaction Scale and Green Chemistry: Microscale or Macroscale, Which Is Greener?

Rita C. C. Duarte

LAQ/REQ/DEFE, Departamento de Química e Bioprocessos, Faculdade de Ciências da Universidade de Porto, Rua do Campo Alegre 407, Porto 4169-007, Portugal

M. Gabriela T. C. Ribeiro

LAQ/REQ/DEFE, Departamento de Química e Bioprocessos, Faculdade de Ciências da Universidade de Porto, Rua do Campo Alegre 407, Porto 4169-007, Portugal

Adão A. S. C. Machado

Departamento de Química e Bioprocessos, Faculdade de Ciências da Universidade de Porto, Rua do Campo Alegre 407, Porto 4169-007, Portugal

Environmentally Friendly Organic Reagents

Dr. Loyd D. Bastin

Andrew P. Dicks · Andrei Hent

Green Chemistry Metrics

A Guide to Determining and Evaluating
Process Greenness

Paradigms in Green Chemistry and Technology

Angelo Albini · Stefano Protti



KAYNAKLAR

Anastas, P.T. and Warner, J.C., 1998, "Green Chemistry: Theory and Practice", Oxford University Press, Oxford.

Deniz, V., 2003, "Hangisi Daha Yeşil ? (12 + 12 Temel İlke)"

<http://www.kimyamuhendisi.com/index.php/makaleler/698-hangisi-daha-yesil>

Anastas, P.T. and Zimmerman, J.B., 2003, "Environ. Sci. Technol.," 37, 94A

Albini, A. and Protti, S. , 2016, "Paradigms in Green Chemistry and Technology", Springer, ISBN 978-3-319-25893-5 , ISBN 978-3-319-25895-9 (eBook)

Duarte, R. CC. ve Ark. 2017, "Reaction Scale and Green Chemistry: Microscale or Macroscale, Which Is Greener?" J. Chem. Educ. 94, 1255–1264 .

Dicks, A.P., and Hent, A. , 2015, "Green Chemistry Metrics: A Guide to Determining and Evaluating Process Greenness", Springer, ISBN 978-3-319-10499-7 ISBN 978-3-319-10500-0 (eBook)



**4.Ulusal Laboratuvar Akreditasyonu ve Güvenliği
Sempozyumu ve Sergisi**



TEŞEKKÜRLER

<http://www.kocaelidayanisma.org>

vdeniz41@gmail.com

25-27 Nisan 2018



KODA
KOCAELİ DAYANIŞMA
AKADEMİSİ

KMO İstanbul Şb.



TÜRKİYE KİMYA SANAYİCİLERİ DERNEĞİ

Laboratuvarlarda Kimyasal Emniyet (Security)

4. ULUSAL LABORATUVAR AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ SEMPOZYUMU VE SERGİSİ PROGRAMI 26-27-28 Nisan 2018

Mustafa Bağan



Güvenlik: Zarar, kaza veya ihmal nedeniyle yaralanma veya kayıptan korunma.
(yaralanma / sağlık ve malzeme / ekipman kaybı sorunu)

Emniyet: kasıtlı eylemden kaynaklanan yaralanma veya kayıptan korunma.
(kontrol, prosedür, mülkiyetin Tesisin/Malları korunması, erişim kontrolü)

Fark: Kişilerin düşünceleri ! (Korumak/Zarar vermek)

Mustafa Bağan

Dr.Caner Zambak

ÖZETLE !**Güvenlik**

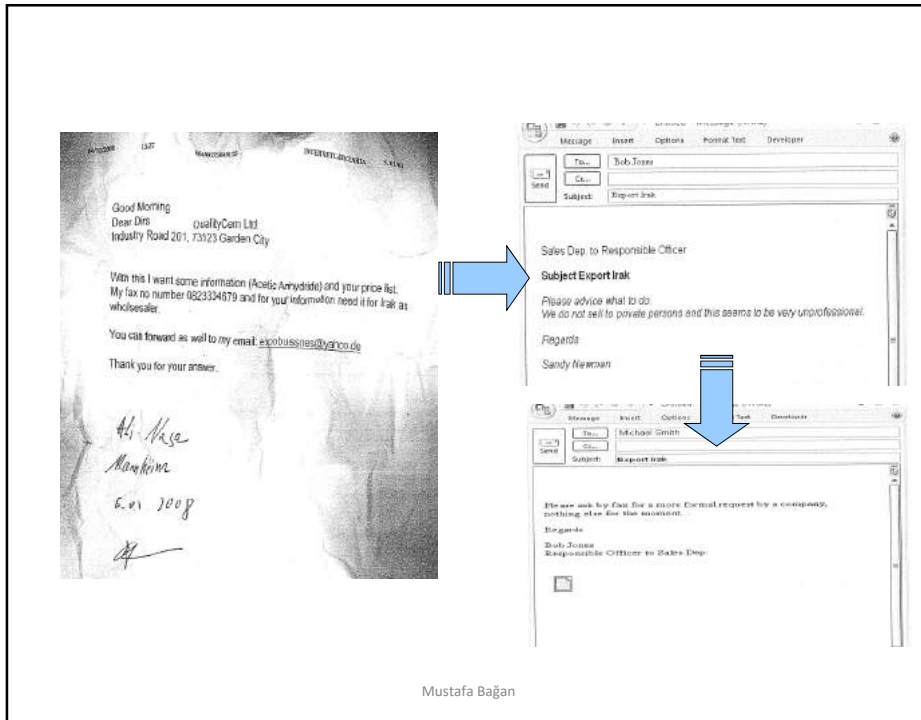
- herhangi bir kimyasal işlemin ayrılmaz bir parçasıdır
- Çalışma prosedürleri işçilerin, toplumun ve çevrenin güvenliği göz önünde bulundurularak geliştirilir,
- Ekipmanlar, güvenlik göz önünde bulundurularak tasarlanmıştır.
- Uygun koruyucu ekipman, güvenlik göz önünde bulundurularak kullanılır.

Emniyet

- güvenlik gibi!
- ayrıca herhangi bir kimyasal işlemin ayrılmaz bir parçası olmalıdır.
- kimyasal tesisi fiziksel olarak çevreler,
- “Muhafızlar, kapılar ve silahlar” çevrenin işçiler için güvenli olmasını sağlamak için kullanılır.
- Hassas ve önemli belgeleri ve süreçleri korur.
- Giriş kapısından sadece doğru insanların girmesi ve yanlış kişilerin dışarıda kalmasını sağlar.

Mustafa Bağan





Dış Ticaretin Kontrolü

**SAĞLIK BAKANLIĞININ ÖZEL İZİNİNE TABİ MADDELERİN
İTHALAT DENETİMİ TEBLİĞİ
(ÜRÜN GÜVENLİĞİ VE DENETİMİ: 2017/4)
(R.G. 30/12/2016 – 29934 Mük.)**

MADDE 1 – Amaç

(1) Bu Tebliğin amacı, Ek-1 sayılı listede yer alan ve Sağlık Bakanlığının özel iznine tabi madde ve müstahzarların ithalatında insan sağlığı ve güvenliği yönünden uygunluk denetimine ilişkin usul ve esasları düzenlemektir.

İTHALİ ÖZEL İZNE TABİ MADDELER VE MÜSTAHZARLAR

| GTİP | MADDE İSMİ |
|------------------|--|
| 2707.20.00.00.00 | Toluol (toluen) |
| 2806.10.00.00.11 | Saf hidroklorik asit |
| 2806.10.00.00.12 | Teknik hidroklorik asit (tuz ruhu) |
| 2807.00.00.00.11 | Saf sülfirik asit (kodeks evsafında veya daha saf) |
| 2807.00.00.00.19 | Diğerleri |
| 2807.00.00.00.29 | Oleum |
| 2841.61.00.00.00 | Potasyum permanganat |
| 2902.30.00.00.00 | Toluen (toluol) |
| | |

Mustafa Bağan

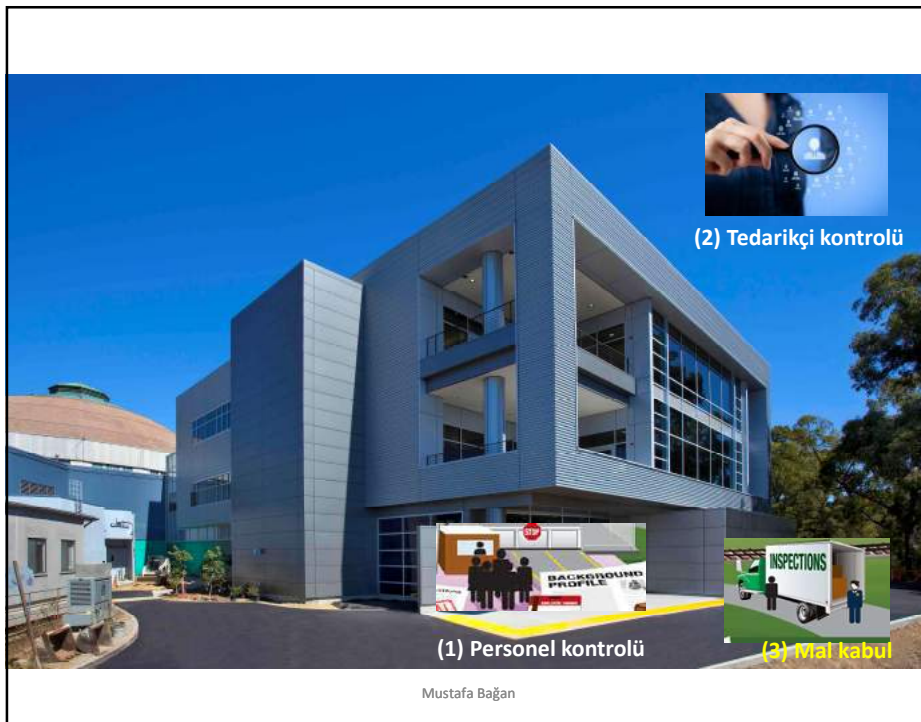
Ek-1

Madde

**KONTROLE TABİ
KİMYASAL MADDELER
HAKKINDA YÖNETMELİK
R.G.16.06.2004-25494**

| |
|--|
| 1-Phenyl-2-propanone |
| N-acetylanthranilicacid |
| Isosafrole |
| 3,4- Methyleneoxyphenyl-2-propanone |
| Piperonal |
| Safrole |
| Ephedrine |
| Pseudoephedrine |
| Norephedrine |
| Ergometrine |
| Ergotamine |
| Lysergic acid |
| Acetic anhydride |
| Phenylacetic acid |
| Anthranilic acid |
| Piperidine |
| Hydrochloric acid |
| Sulphuric acid |
| Potassium permanganate (*) |
| Toluene (*) |
| Ethyl ether (*) |
| Acetone (*) |
| Methylethylketone (MEK) (*) |
| (*) Bu maddelerin tuzlarının mevcudiyetlerinin mümkün olduğu yerlerde ve bu kategoride listelenen tüm maddelerin tuzları. |

Mustafa Bağan

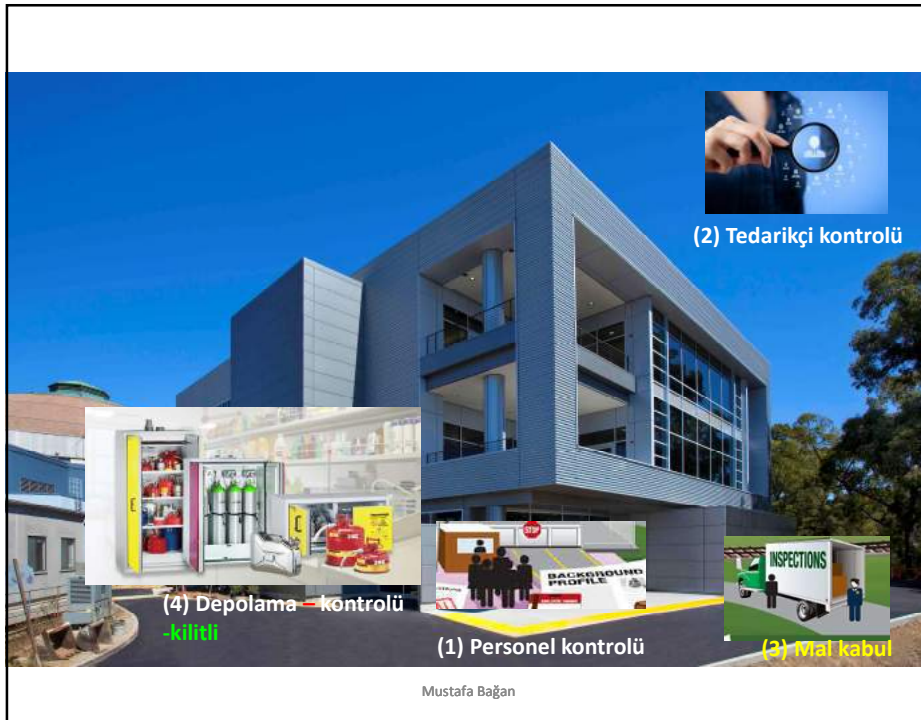


Mal Kontrol ve Kabulü

- ✓ Firmanın ve aracın doğruluğu,
- ✓ Şoförün SRC 5 sertifikasının kontrolü (gerekliyse)
- ✓ Kimyasal maddelerin sipariş listesine uygunluğu,
- ✓ Miktarları,
- ✓ Ambalajların sağlamlığı,
- ✓ Ambalajların etiketleri
- ✓ Kimyasalların Güvenlik Bilgi Formları

Not: Kontrol eden ve teslim alan kişinin (lerin) yukarıdaki konularda bilgi sahibi olması gereklidir !

Mustafa Bağan



Ambalajlanmış Ürünlerin Karışık Depolanması

| Depolama sınıfı | LGK | 1 | 2A | 2B | 3A | 3B | 4.1A | 4.1B | 4.2 | 4.3 | 5.1A | 5.1B | 5.1C | 5.2 | 6.1A | 6.1B | 6.2 | 7 | 8A | 8B | 10 | 11 | 12 | 13 | |
|---|------|----|----|----|----|----|------|------|-----|-----|------|------|------|-----|------|------|-----|---|----|----|----|----|----|----|----|
| Patlayıcı maddeler | 1 | 17 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Küçültülmüş, sıvılaştırılmış ve basınçlı maddeler | 2A | 17 | 4 | | | | | | | | | | 10 | | | | | | 18 | 5 | | | 5 | | |
| Basınçlı gaz ambalajları | 2B | 4 | | 1 | 1 | | | | | | | | 10 | | 2 | 2 | | | 18 | 4 | 4 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| Parlayıcı sıvılar | 3A | | 1 | 17 | | | | | | | | 11 | | | | | | | 18 | 9 | 9 | | 3 | | |
| Yanabilen sıvılar | 3B | | 1 | | | | 12 | 4 | | 4 | | | 11 | | 7 | | | | 18 | | | | | | |
| Parlayıcı katılar | 4.1A | | | | | 12 | 17 | 12 | | | | | | 14 | | | | | | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 |
| Kedilğinden tutuşan maddeler | 4.1B | | | | | 4 | 12 | | 4 | 4 | | 4 | 11 | | 13 | 8 | | | 18 | | | | | | |
| | 4.2 | | | | | | | 4 | 4 | 4 | | | | | | | | | 18 | 4 | 4 | 4 | 4 | | |
| Su ile temasta parlayıcı gaz üreten maddeler | 4.3 | | | | | 4 | | 4 | 4 | | | | | | | | | | 18 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Oksitleyici (yakıcı) maddeler | 5.1A | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | 5.1B | | | | 11 | 11 | | 11 | | | | | 10 | | 15 | 15 | | | 18 | | | 11 | 11 | | |
| | 5.1C | | 10 | 10 | | | | | | | | | 10 | 17 | | | | | 18 | 11 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| Organik peroksitler | 5.2 | | | | 7 | 14 | 13 | | | | | | | 17 | | | | | 18 | 10 | | 16 | 16 | 16 | 16 |
| Yanıcı toksik maddeler | 6.1A | | | 2 | | | | 8 | | | | | 15 | | | | | | 18 | | | | 3 | | |
| Yanmayan toksik maddeler | 6.1B | | | 2 | | | | | | | | | 15 | | | | | | 18 | | | | 3 | | |
| Enfeksiyöz maddeler | 6.2 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Radioaktif maddeler | 7 | | 18 | 18 | 18 | 18 | | 18 | 18 | 18 | | | 18 | 18 | | | | | 18 | 18 | 18 | 18 | 18 | 18 | 18 |
| Aşındırıcı (korozyif) maddeler | 8A | | 5 | 4 | 9 | | 12 | | 4 | 4 | | | 11 | 10 | | | | | 18 | | | | | | |
| Aşındırıcı (korozyif) maddeler | 8B | | | 4 | 9 | | 12 | | 4 | 4 | | | 10 | | | | | | 18 | | | | | | |
| 3A ve 3B de yer alamayan yanıcı sıvılar | 10 | | | 6 | | | 12 | | 4 | 4 | | 11 | 10 | 16 | | | | | 18 | | | | | | |
| Yanıcı katı maddeler | 11 | | 5 | 6 | 3 | | 12 | | 4 | 4 | | 11 | 10 | 16 | 3 | 3 | | | 18 | | | | | | |
| Yanma tehlikesi olmayan sıvı maddeler | 12 | | | 6 | | | 12 | | | 4 | | | 10 | 16 | | | | | 18 | | | | | | |
| Yanma tehlikesi olmayan katı maddeler | 13 | | | 6 | | | 12 | | | | | | 10 | 16 | | | | | 18 | | | | | | |

Birlikte depolanabilen mallar
 Bazı koşullara altında birlikte depolanabilen mallar
 Birlikte depolanamayan mallar

Mustafa Bağan

Notes to the table:

- The mixed storage of flammable liquids and pressurized gas containers is permitted if the requirements of TRbF 110 No. 6.122 (7) and TRG 300 No. 6.2.3 are met.
- Pressurized gas containers may be stored together with very toxic and toxic substances under the conditions and within the quantity limits specified in TRG 300 (TRGS 514 No. 3.2.1 (5)). If the very toxic and toxic substances are stored in safety cabinets in accordance with DIN 12925 Part 1, the restriction does not apply (TRGS 514 3.2.9).
- Materials that cause the rapid start or spread of fire, such as packaging materials, must not be stored together with toxic substances or flammable liquids (TRGS 514 No. 3.2.3 and TRbF 110 No. 6.122).
- Mixed storage is permitted if the products do not react with each other in the event of an incident. This can be achieved by segregated storage, e.g. physical separation, large gaps, separate containment basins, storage in safety cabinets (e.g. TRbF 110 No. 6.121 (5)), the specific storage regulations TRG 300 No. 6.2.3 must be observed.
- In storage halls in which no more than 50 filled pressurized gas cylinders, including not more than 25 pressurized gas cylinders with flammable, oxidizing or very toxic gases, are stored, combustible substances with the exception of flammable liquids may be stored if the storage area for pressurized gas cylinders is separated by a wall at least 2 m high made of non-combustible building materials and between the wall and the combustible substances a distance of at least 5 m is maintained (see TRG 280 No. 5.2.6).
- Mixed storage is permitted if the safety requirements for the entire stock are adapted to meet the requirements of storage class 2B (TRG 300).
- Mixed storage is permitted in accordance with VBG 58 "Organic peroxides" under certain conditions (flash point > 61°C).
- Flammable toxic substances may be stored together with substances of storage class 4.1B in accordance with TRGS 514 No. 3.2.7.
- Where storage of flammable liquids is subject to a permit, corrosive substances in breakable containers must not be stored together with flammable liquids in storage

rooms. This does not apply if the goods in the storage room are separated in such a way that they cannot react with each other in the event of an incident (TRbF 110 No. 6.121 (5)).

- Mixed storage is permitted if the stipulations of TRGS 511 No. 6 are met. The specific storage regulations TRG 300 No. 6.2.3 must be observed.
- Mixed storage is permitted if the stipulations of TRbF 110 No. 6.122 (6) and TRGS 515 No. 3.3.3 and 3.3.4 are observed.
- Substances of storage groups I - III of the 2nd explosives regulations may be stored together with other materials if the safe distances designed to prevent any increase in risk to the surroundings of a warehouse are adequate or are increased. This must be checked in each case [Explosives storage guideline 300 No. 5 (5)].
- Mixed storage of substances of storage class 5.2 that belong to OP group IV with other highly flammable solids is permitted (VBG 58 "Organic peroxides" § 26 section 4).
- Mixed storage with propellants and radical initiators is permitted if these do not contain any heavy metal additives (explosives storage guideline 300 No. 5 (6); VBG 58 "Organic peroxides").
- Oxidizing substances of Groups 2 and 3 may be stored together with very toxic or toxic substances in accordance with TRGS 515 No. 3.3.3 and TRGS 514 No. 3.2.8.
- When organic peroxides are stored together with other materials, it is necessary to check in each case whether the safe distances designed to prevent a higher risk for the warehouse surroundings are adequate or need to be increased (VBG 58 "Organic peroxides" § 26 paragraph 4).
- The specific statutory storage regulations must be observed (2nd explosives regulations, explosives storage guideline 300, TRG 280, TRbF 110 No. 6.1.2.1 (4), VBG 58 "Organic peroxides", TRGS 511).
- Radioactive substances are stored in accordance with § 74 of the radiation protection regulations, the corresponding handling approvals in accordance with § 3 of the radiation protection regulations and DIN 25422 "Storage of radioactive substances". The radiation protection officer decides in each case in accordance with the handling approvals.

Kaynak:

- ADR 2013
- Guideline for the mixed storage of chemicals, July 1998, VCI – VERBAND DER CHEMISCHEN INDUSTRIE e.V.

Mustafa Bağan

| SINIF | 1 | 2.2 | 2.1 | 2.3 | 3 | 4.1 | 4.2 | 4.3 | 5.1 | 5.2 | 6.1 | 8 |
|-------|---|-----|-----|-----|---|-----|-----|-----|-----|-----|-----|---|
| 1 | + | B | D | B | D | D | D | D | D | D | X | B |
| 2.2 | B | + | X | X | B | X | A | X | X | B | X | X |
| 2.1 | D | X | + | X | B | A | B | A | B | D | X | A |
| 2.3 | B | X | X | + | B | X | A | X | X | B | X | X |
| 3 | D | B | B | B | + | A | B | B | A | C | X | A |
| 4.1 | D | X | A | X | A | + | A | A | A | B | X | A |
| 4.2 | D | A | B | A | B | A | + | A | B | B | X | A |
| 4.3 | D | X | A | X | B | A | A | + | B | B | X | A |
| 5.1 | D | X | B | X | A | A | B | B | + | B | X | B |
| 5.2 | D | B | D | B | C | B | B | B | B | + | X | B |
| 6.1 | X | X | X | X | X | X | X | X | X | X | + | X |
| 8 | B | X | A | X | A | A | A | A | B | B | X | + |

- A: BİRBİRİNDEN 3 m UZAKTA DEPOLANACAK
B: BİRBİRİNDEN AYRILACAKTIR
C: MÜTAKİL BÖLMELERDE BİRBİRİNDEN AYRI DEPOLANACAKTIR
X: GENEL AYIRMA ÖNERİLMEZ
+: BİRLİKTE DEPOLANIR
D: MÜSTAKİL BÖLMELERDE AMBALAJI ÜZERİNDE YÖN İŞARETİNE UYGUN DEPOLANIR

Mustafa Bağan



Mustafa Bağan



Hassas İşlemler

- ❑ **Gaz tüpü patlaması*:**
- ❑ Geçenlerde hidrojen florür anhidrid içeren eski bir gaz silindiri Kimya binasında bir gaz kabini içinde kendiliğinden patladı (alıntı!). Karbon çelik silindirlerdeki anhidrit hidrojen florür (veya hidrojen bromür), demir flüorür ve hidrojeni oluşturmak için çelik içindeki demir ile yıllar içinde yavaşça reaksiyona girebilir. Hidrojen basıncı nihayetinde silindiri kırdığı noktaya kadar dayanabilir.
- ❑ Tüm aşındırıcı gazlar satın alındıktan sonra iki yıl içinde kullanılmalı veya iade edilmelidir.

(* <http://www.ehs.ucsb.edu/labsafety/laboratory-accidents>)

Mustafa Bağan

(5) Hassas işlemler

(2) Tedarikçi kontrolü

(6) Bilgi Emniyeti

(4) Depolama kontrolü

(1) Personel kontrolü

(3) Mal kabul

Mustafa Bağan



Vulnerability – Zafiyet noktaları

- 1) Personel Kontrolü
- 2) Tedarikçi kontrolü
- 3) Mal kontrol ve kabulü
- 4) Depolama kontrolü
- 5) Hassas işlemler
- 6) Bilgi emniyeti

Mustafa Bağan



**TÜRKİYE KİMYA
SANAYİCİLERİ DERNEĞİ**

***Dinlediğiniz için teşekkür ederiz !
Sorular ?***

Mustafa Bağan

laboratuvarlarda risk yönetimi ile ilgili pratik öneriler

Ruhi Öktem

KMO

4. ULAG Semp. Sunusu



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Konular 1

- Bu çalışmada laboratuvarlarda güvenli çalışma metodlarından ziyade böyle bir sistemi kurmanın açmazlarından ve yararlarından bahsedilecektir.
- «Güvenli çalışma»yı öğrenmek isteyenlere tavsiyem; ULAG sempozyum sunularını indirmeleridir. 😊
- Risk değerlendirilmesi nasıl yapılır?, konusu da 2. ULAG da yaptığım sunudan sonra 3. ULAG da Risk yönetimi yahoo grubu moderatörü Hilal Hanım' ın ve diğer arkadaşların sunumları ile epeyce açıldı. Bu sunuda biraz HAZOP ve SWIFT yöntemlerine Lab. Güvenliğinde kullanıldıkları için değinilecektir.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Konular 2

- KMO Proses Güvenliği Komisyonumuzun özellikle Güvenlik kültürü kavramı ile ilgili çalışmaları da baz alınarak Kazaların önlenememesinin ana nedeninin **kültür oluşturmamak** olduğu savımız irdelenecektir.
- Proses kazaları ile laboratuvar kazaları arasındaki benzerliklere dikkat çekilerek dünyada uygulanmakta olan *5s, (BBS) DOGY, İş izni, Ramakkala kaza bildirim, deneyimden öğrenme, kaza kök sebep analizi, işbaşı konuşmaları, değişim yönetimi* gibi kavramların laboratuvar kazalarını önlemede pekala kullanılabileceğine değinilecektir.
- Pratiklik adına bir AB kontrol listesi tavsiye edilecek sorumluluklar ve sonunda da vakit kalırsa, özet şeklinde bir kaç kontrol önlemine değinilecektir.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Konular 3

- Bir diğer konu da, TÜRKAK 'ın «riskler ve fırsatlar» konusunda **rehber doküman** hazırlanacağı müjdesidir.
- 17025 te bahse konu riskler güvenlikten ziyade, etikliğin bozulması riski, satın alırken yapılabilecek hataların riski, kaliteyi olumsuz etkileyebilecek şeyler vb. İş güvenliğinin biraz dışındaki riskleri ve fırsatları tanımlamaktadır.
- Odamız bu konuda da uygulayıcıların önünü açma anlamında katkıda bulunmaya hazırdır.
- HAZOP taki sapmalar «operability» anlamında operasyonun nominal değerlerinden sapmalara çözüm getirmede oldukça yararlı bir yöntemdir. SWIFT ise, satın alma, güvenilirlik- etiklik gibi konularda yararlı olacağı düşünülmektedir.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Güvenlik Kültürü ve Laboratuvar güvenliği



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Güvenlik kültürü ve Laboratuvar güvenliği

- Bir organizasyon içinde güçlü bir güvenlik kültürü, başarılı bir laboratuvar sağlık ve güvenlik programının oluşturulabileceği sağlam bir temel oluşturur.
- Bu kültürün bir parçası olarak, organizasyonun tüm düzeylerinde (yani; *idari personel, bilim adamları, laboratuvar teknisyenleri*) laboratuvardaki tehlikeli malzemelere maruz kalma riskini en aza indirmenin önemini anlamalı ve bu doğrultuda **birlikte** çalışmalıdır.
- Özellikle, laboratuvar personeli yeni bir deney planlarken kullanılacak kimyasalların sağlık, fiziksel ve çevresel tehlikelerini dikkate almalı ve çalışmalarını ihtiyatlı bir şekilde gerçekleştirmelidir.
- Laboratuvar personeli, her bireyin refahı ve güvenliğinin, **ekip çalışmasının** ve kişisel sorumluluğun açıkça tanımlanmış tutumlarına bağlı olduğunu ve laboratuvar güvenliğinin sadece bir malzeme ve ekipman sorunu değil, aynı zamanda süreçler ve davranışlar olduğunu da fark etmelidir.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Güvenlik kültürü ve Laboratuvar güvenliği

- Ayrıca kendi ve diğer çalışanlar için **en kötü hal senaryosu** (WC: worst case) olasılıklarının göz önünde bulundurulması, bilimsel eğitimin bir parçası olarak, *deneylerin teorik arka planının* ya da onları profesyonel bir şekilde yapmak için adım adım protokollerin öğrenilmesinin gerektiği bilinmelidir.
- Bununla birlikte, laboratuvardaki tehlikeleri doğru bir şekilde tespit etme ve değerlendirme yeteneği, doğal olarak gelen bir beceri değildir ve eğitim ve sürekli organizasyon desteği ile öğretilmeli ve teşvik edilmelidir.
- Başarılı bir sağlık ve güvenlik programı, organizasyondaki herkesin günlük taahhüdünü gerektirir ve iyi bir örnek oluşturmak, taahhüdün sergilendiği en iyi yöntemdir.
- **Küçük ölçekli** çalışmanın aynı zamanda küçük ölçekli (önemsiz) tehlikeler taşıdığı görüşü çok yanıltıcı ve kişiye güvenlik konusunda sahte bir güven duygusu aşılar.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Güvenlik kültürü ve Laboratuvar güvenliği

- Laboratuvar personelinin güvenliğe karşı olan tutumları, *ekipman kalitesinden, düzenlemelerden, yönetsel politikalardan*, kullanılan malzemelerin doğasından kaynaklanan risklerden ve yürütülen faaliyetlerden çok daha önemlidir!!!
- Bu çalışmada en önemli unsurun *güvenlik kültürü* olduğu ve üst yönetimin de bu anlayışı destekleyici yönde karar alarak uygulamaya geçirmesi gerektiği vurgulanmaya çalışılacaktır.
- Bir laboratuvar güvenliği kültürü, kurumsal kuralların yönlendirdiği dış bir beklenti değil, içselleştirilmiş bir tutum haline gelmelidir.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Güvenlik kültürü ve Laboratuvar güvenliği

- Akademik laboratuvarlarda endüstriyel laboratuvarlara oranla kaza oranının oldukça yüksek olması ise, endüstride yapılması talep edilen özenli tehlike analizleri ve uyulması istenen sıkı güvenlik önlemleri ile açıklanabilir.
- Genellikle Personelin ilgi alanları spesifikdir ve iş güvenliği dergilerini takip etmezler. (Halbuki herbirinin takip ettiği uluslararası şahitli yayınlar pek çöktür.☺)
- Endüstriyel laboratuvarlarda da güvenlik, deneyin başarı ile zamanında tamamlanması çabasıyla sonra akla gelebilmektedir.
- Hande Hanım ın kazası ndan sonra basında duyulmamakla birlikte, büyük kazaların habercisi ortamların ve davranışların kontrolü önleyici olacaktır.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Güvenlik kültürü işi nerelere vardiıyor; Ya engelliler?

- Engelliler için yapılacak değişiklikler de lab güvenliği kültürünün bir parçasıdır. Laboratuvar alanı ve fiyktürlerindeki değişikliklerin birçoğu herkes için yarar sağlar.
- Tek bir örnek olarak, büyük bir arabayı hareket ettiren veya iki ağır konteynır taşıyan tüm laboratuvar personeline rampaların ve otomatik kapı açıcının yardımını düşünün...
- Hafta sonu, vardiyalarda ve yalnız yapılan çalışmaların da çok iyi değerlendirilmesi hamile çalışan veya öğrencilerin durumu göz önüne alınmalıdır.
- Kısacası, HAZOP un mantığındaki kılavuz sorularla **akla gelmiyeni akla getirecek** bir hassasiyet gerekir kaza önlemede...

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Laboratuvar Kazalarının Önlenmesi için güvenli çalışma anlayışı

- Laboratuvar kazalarını önlemenin en iyi yolu, ekipman, kimyasal veya biyolojik malzemelerle çalışmanın ne olduğu konusunda *hazırlıklı* ve *bilgili* olmaktır.
- Laboratuvar ortamımızdaki Laboratuvar kazalarının ve olaylarının önlenmesi için bir “çalışma anlayışı” geliştirilmelidir.
- Bu anlayış; tehlikeleri ve bu tehlikelerin risklerini değerlendirmek, ortadan kaldırmak / en aza indirmek, belirlenen riskler ve gerçekleştirilmekte olan görevlere dikkat edilmesi ile gerçekleştirilebilir.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Bütçe ve planlı olma Sistem anlayışı



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

İşin başı bütçe



- GBF'da belirtilen uygun KKD, yangın söndürücü ve temizleme malzemeleri kullanım prosedürleri (talimat/ yönetmelik) ile birlikte hazır bulundurulmalıdır. Çalışanların sağlığını olumsuz etkileyebilecek koku ve buharları gidermek üzere yeterli havalandırma gerekmektedir. Basınçlı Hava, su vb yardımcı birimlere ihtiyaç olabilir. Inherent safe tasarımları olan cihazlar tercih sebebidir. Depolama, atık bertarafı hesaba katılarak tasarlanmalıdır.
- Tüm bunlar önceden planlanmalı ve işe başlandığında hesabedilmemiş maliyetlerin ortaya çıkmamalıdır.
- *İhaleler yapılırken belli bir oranının iş güvenliğine ayrılması ve bunun her müteahhit tarafından bilinmesi unutulmaması ve baştan bütçe ayrılması gerektiği savımız laboratuvarlar için de gereklidir.*

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Maliyet, kaza önleyememe de bir unsur olabilir mi?

- Yüksek maliyet giderleri olsa dahi, yapılacak olan çalışmaların tehlike değerlendirmesi sonucu alınacak gerekli önlemler alınmadıkça başlatılmaması, hatta gerekli durumlarda (tolere edilemez ve önemli risk seviyesine sahip olunan durumlarda) tamamen iptal edilmesi gerekmektedir.
- Teorik olarak doğru ama; İstihkakların hazırlanması, sunulması, kabulü devlette zaman alabilmekte, bütçesi dar özel sektörde de gecikme veya iptal yönüne gidilebilmektedir.

Burada anahtar kelime;

- «*Ya bütçeyi temin et, yada başlama!*» olmalı, önlem yetersizde olsa başlanan bir deneyin sonucu hüsrarla neticelenebilecektir. O halde deney planlayıcıları önceden bütçe yaparak yönetimin işini kolaylaştırmalıdır. Zaten iş güvenliği sağlamak **planlı olmak ve sistem kurmaktan geçmiyor mu?**
- Sözün özü: **ayağını yorganına göre kısalt!**☺

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Hangi metodu kullansak?

| Impact | Level | Range M\$ | Risk Category | | | | |
|--------|-----------|-----------|---------------|--------|--------|--------|------|
| | 5 | > 200 | | H | H | H | H |
| 4 | 100 - 200 | | M | M | H | H | H |
| 3 | 50 - 100 | | L | M | M | M | H |
| 2 | 10 - 50 | | L | L | L | M | M |
| 1 | < 10 | | L | L | L | L | L |
| | Range % | | <10% | 10-20% | 20-50% | 50-80% | >80% |
| | Level | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| | | | Likelihood | | | | |

| Impact | Level | Range M\$ | Risk Treatment | | | | |
|--------|-----------|-----------|----------------|---------------|-------------|------------|------|
| | 5 | > 200 | | Transfer risk | | Avoid risk | |
| 4 | 100 - 200 | | Transfer risk | | Avoid risk | | |
| 3 | 50 - 100 | | Transfer risk | | Avoid risk | | |
| 2 | 10 - 50 | | Accept risk | | Reduce risk | | |
| 1 | < 10 | | Accept risk | | Reduce risk | | |
| | Range % | | <10% | 10-20% | 20-50% | 50-80% | >80% |
| | Level | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| | | | Likelihood | | | | |

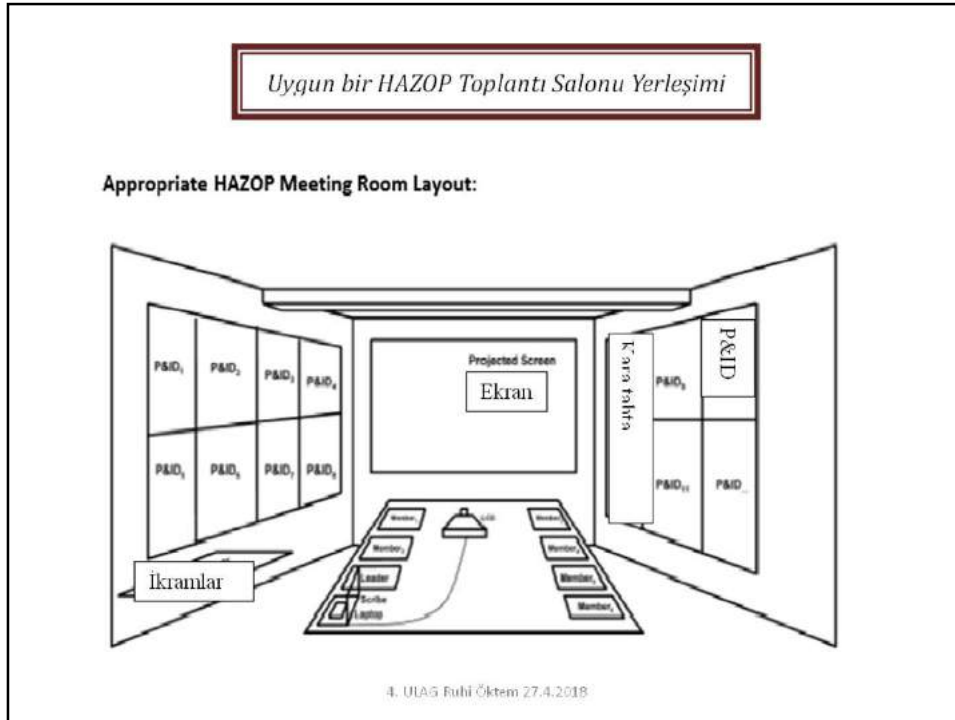
Figure 16 – Example of risk acceptability matrix for economic impact (top) and the appropriate risk treatment options (bottom)

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

«Yapısal olursa eğer» veya «TEHÇA» (SWIFT veya HAZOP) metodları denenebilir

- LABHIRA olarak tanıtılan “Laboratuvarda tehlike tanımlama ve risk analizi” yöntemi iki aşamadan oluşmaktadır. İlk aşama, bir ön tehlike değerlendirmesinden ibarettir. Bu bölümde labortauvarda yapılan her bir sentez için, sentezin her bir basamağı ve burada kullanılan kimyasallar bir excel dosyası ile tablolandır. Oluşturulan tabloda, her her bir kimyasal için
 - fiziksel,
 - kimyasal,
 - toksikolojik ve
 - maruz kalma özellikleri,
 o kimyasal bileşiğin kullanımından kaynaklanan risklerin değerlendirilmesinde toplu olarak kullanılır.
- İkinci aşamada ise, SWIF veya HAZOP gibi bir risk analizi yöntemi seçilerek gerekli dökümantasyon sağlanır ve risk analizi yapılır. Yöntemin bir yazılım haline getirildiği ve HAZOP ve Olursa Eğer gibi çeşitli yöntemlerle uyumlu şekilde tasarlandığı belirtilmiştir.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018



HAZOP

- HAZOP un bir takım çalışması olması, iyi bir lidere ihtiyaç duyması ve uzun zaman alması gibi dezavantajları ancak büyük firmalarda uygulanabilirliğini akla getiriyor.
- Ancak metodolojinin bilinmesi ve anahtar klavuz kelimelerle sorgulama yapılmasının önüne de kimse geçmiyor. ☹️
- O nedenle, en azından konsept bilinmeli ve tehlike ararken kullanılmalıdır.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

SWIFT nedir?

Yapılandırılmış “What-if” Tekniği (SWIFT) SWIFT orijinal olarak HAZOP'a daha basit bir alternatif olarak geliştirilmiştir. Katılımcılar, riskleri tanımlamak için katılımcıları teşvik etmek amacıyla bir çalışmada kolaylaştırıcı tarafından kullanılan bir dizi “kesin sonuçlu” (how could... Has anyone ever... What would occur if...? gibi)kelime veya kelime öbeklerini kullanarak yapılan sistematik, ekip bazlı bir çalışmadır.

Kolaylaştırıcı ve ekip, sistem, tesis ögesi, organizasyon veya prosedürün normal operasyonlardan ve davranışlardan sapmalardan nasıl etkileneceğini araştırmak için standart “what-if” tipi cümleleri kullanır.

SWIFT normalde HAZOP'tan daha düşük bir detay seviyesine sahip bir sistem seviyesinde uygulanır. SWIFT orijinal olarak tasarlanmışken Kimyasal ve petrokimyasal tesis tehlike çalışmalarında, teknik artık sistemlere, bitki maddelerine, prosedürlere ve kuruluşlara genel olarak uygulanmaktadır.

Özellikle, değişikliklerin sonuçlarını ve dolayısıyla değiştirilen veya oluşturulan riskleri incelemek için kullanılır. (Management of Change) Değişim Yönetimi*

SWIFT örneği

| Yapısal What if | | | | | |
|---|--------------------------------|---|--|--|--|
| Tesis Operasyon Proses : Demiryolu tank temizleme-Buhar Yanma sistemi: Ön start up ve fler tahliyesi | | | | | |
| Tarih: | | | Takım | | |
| ID | What if | Sebepler | Sonuçlar | Kontroller | Tavsiyeler |
| A.2 | tahliye için buhar kullanılmış | İnsan hatası – tahliye için buhar kullanılmış | Yangın patlama-buhar havanın yerini almadan yoğunlaşır | Tahliye prosedürü konusunda operatör eğitimi | A2.1 buhar kullanımı önlemek için interlok kullanımı A2.2 Uyarı işaretleri talimatı |

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Laboratuvarlarda **Değişim Yönetimi** (Management of change)hiç düşünülüyor mu?

- *Değişim yönetimi* Büyük endüstriyel kazalar için kullanılmakta olan bir kavram olmakla birlikte, laboratuvarlarda da kullanılması şarttır. Bir denejde, girdilerde, yöntemde vb. köklü değişim yapıldığında, bundan herkesin haber olması, onaylaması ve kendini ilgilendiren konularda ne gibi önlemler alacağını saptayıp paylaşması gerekmez mi? Bu konu HAZOP un olmazsa olmazıdır...
- ULAG da müstakil bir sunum konusu olacağına inandığımız bu konuyu, **KMO Proses Güvenliği Komisyonu**, Büyük endüstriyel kazaların güvenlik kültürünün alt başlığı olarak ele almıştır ve çalışma sonucunun KMO web sitesinde yayınlanması planlanmaktadır.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Sorumluluk
samur kürke benzer her bedene prova edilmelidir...



Lab. güvenliği için farkındalık ve sorumluluk

- Güvenli bir laboratuvar ortamının sağlanması, laboratuvar sorumluluğu, varsa Sağlık Güvenlik Çevre personeli ve bir kurumun yönetiminin birleşik sorumluluğu olmakla birlikte, birincil sorumluluk, işi yürüten bireyin sorumluluğudur...
- Güvenli bir ortam yaratma ve güvenlik kültürünü teşvik etme konusundaki nihai sorumluluk, kurumun başkanı ve işletme birimleri ile birlikte sorumluluğudur. Sorumlu kişiler tarafından yapılan liderlik, etkili bir güvenlik programının herkes tarafından benimsenmesini sağlar.
- **İş güvenliği önden çekilidir..** Tıpkı **şehriye çorbasında** olduğu gibi. İtmeniz bir işe yaramaz ama bir çatala takıp çektiğinizde tüm şehriyelerin düzgün bir şekilde geldiğini görürsünüz... 😊
- **Kimyasal Hijyen Planı** kavramında bu sorumluluklar açıklanmıştır. Akademik laboratuvarlarda **deney asistanlarının sorumluluğu** büyüktür.
- Malzemelerin ekipmanların çalınması, suç teşkil edecek kasıtlı davranışlar, kapıların kitlenmesi gibi pekçok güvenlik (security) konuları da bu gündemin altında değerlendirileceği benzer...* Prudent Practices in the Laboratory

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Hongkok' ta bir okulda kaza önleme ile ilgili gayretlere sadece başlıklar halinde değinilecektir

<http://resources.emb.gov.hk/~ses>

Öğretmenin Yasal Sorumluluğu

Laboratuvar Güvenliğini Etkin Bir Şekilde Yönetmek

Görev tanımları;

- Öğrenciler
- Öğretmenler
- Panel idarecileri
- Laboratuvar teknisyenleri
- Okul yetkilisi



Güvenlik prosedürleri / planları

Çevrimiçi Laboratuvar Bilgi Yönetim Sistemi

Laboratuvar Kazalarının Raporlanması

Güvenlik Farkındalığının Teşvik Edilmesi

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Bir yaralanmanın yasal sorumluluğu kriterleri ve kök sebep analizi;

Bu çalışmada kazaların hukuki boyutuna değinilmeyecektir.

Laboratuvardaki yaralanma, ramak kala ve potansiyel kazaları **kök sebep analizi** (Root cause analysis) yapılarak değerlendirilmelidir. Laboratuvar yönetim sisteminin olmaması olmaz parçasıdır kök sebep analizi. Sogan soyma gibidir....

Böyle yapılmazsa *benzer kazalar tekrarlar durur...*

Örneğin bir yurtdışı uygulamasında aşağıdaki sorular sorulmaktadır.

- Sınıf düzeyi için uygun etkinlikler kullanıldı mı?
- Faaliyetin tüm yönleri hakkında dikkatlice talimat verildi mi?
- Güvenlik kuralları öğretildi mi ve öğrencilerin etkinlik ve güvenlik gereksinimlerini anladığına dair (güvenlik testleri faydalı oldu mu) güven oluştu mu?
- Etkinlik dikkatle denetlendi mi?
- Güvenlik kurallarını kesinlikle uyguladı mı?



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

AB nin tüm araştırma, öğretim ve akademik laboratuvarlara uygulanabilir, kontrol listesi

Önleme için kontrol listesi kazaların laboratuvarda Avrupa İş Sağlığı ve Güvenliği Ajansı - <http://osha.europa.eu>

- Evet hayır cevapları ile uygulanabilecek AB Ajansı kontrol listesi **pratik çözüm** için salık verilebilir. Soru ve açıklamalar oldukça nitelikli ve atlanması olası çok az konu bırakacak şekildedir. Kaynakta sistem anlatılmakta ve sonunda kontrol listesi sunulmaktadır. Örneğin Kısa bir paragrafta;
- «Bakım personeli, servis mühendisleri, temizlik personeli dahil, bir laboratuvara giren herkes içerideki tehlikelerden haberdar edilmelidir. Doğru güvenlik önlemlerini almaktan sorumlusunuz, Güvenli bir ortamda çalışma hakkınız vardır ve tehlikelerin tamamen farkında olmanız önemlidir. Tüm güvenlik bilgilerini anlayın» Denilmektedir.

(İş hijyeni ölçüm laboratuvarı bulgularından başlıca ilgili işyeri çalışanları, alt-ışveren çalışanları, ziyaretçiler, vb. Etkilenebilir.

Tıbbi tahlil laboratuvarı bulgularından başlıca ilgili hastalar, sağlık personeli, hasta yakınları, vb. Etkilenebilir.

Gıda analizi laboratuvarı bulgularından, analizi yapılan gıdaları tüketen tüm kişiler etkilenebilir.)

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Riskleri azaltma

3x5 eşit değildir 5x3 ?? 😊

- Daha güvenli alternatifler kullanma
- Deney prosedürlerini değiştirmek
- Deney ölçeğinin azaltılması
- Çözeltilerin konsantrasyonlarının azaltılması
- Koruyucu önlemlerin kullanılması
- Uygun KKD giyilmesi

Alasdair Thorpe, Chemistry Review, Sept 2000

- Riskleri değerlendirmede **ŞİDDET ÖNCELİĞİ** vardır.
Örneğin; Davlumbazda kaçak az sıklıkla olur ama olursa şiddeti mutlaka göz önüne alınmalıdır. 5x5 in kullanımında bu vurgu yapılmalı veya 3x5 kullanılmalıdır.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Riskleri azaltmayı biraz daha açacak olursak;

- Tehlikenin ortadan kaldırılması (örneğin, gürültülü bir makinenin kullanımının durdurulması)
- Riskin azaltılması (örneğin, kanserojen bir maddenin yerine daha az tehlikeli olan bir maddenin kullanılması)
- Kişilerin tehlikeden uzak tutulması (örneğin, laboratuvara giriş çıkışların sınırlandırılması, vb.)
- Tehlikenin çembere alınması (örneğin, tehlikeli maddelerle işlemlerin kapalı bir kabinde yapılması)
- Çalışanların maruziyetlerinin azaltılması (örneğin bir kişinin bir kimyasal buharına 8 saat maruz kalması yerine 2 kişinin dörder saat maruz kalmasının sağlanması)
- İş sisteminin iyileştirilmesi (örneğin, prosedürler, talimatlar, denetimler, eğitimler, vb.)
- Kişisel Koruyucu Donanım (KKD) kullanımı ve diğer tedbirler (örneğin, baret, koruyucu eldivenler, koruyucu gözlükler, koruyucu giysiler, koruyucu kulaklıklar, vb. kullanımı)
- Bu aşamadan sonra, risk yönetimi yaklaşımı kullanılarak risklere karşı alınması planlanan aksiyonlar tanımlanmalıdır.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Kazalar neden olur?



Araştırma laboratuvarlarında durum

- Özellikle kaza oranının endüstriyel laboratuvarlara oranla 10 ile 50 kat daha yüksek olduğu tahmin edilen araştırma laboratuvarlarında her bir yeni proje/araştırma için yeni tehlikelerin ve riskin olup olmadığı analiz edilmelidir.
- Güvenlik konusunda yapılacak **eğitimler düzenli ve sürekli olmalı, her kademedeki araştırmacıyı kapsamalıdır. Yaşanan kazalar paylaşılmalı ve alınacak dersler tartışılmalıdır.** Söz konusu paylaşımın yapılabileceği **veritabanları oluşturulmalı** ve güncel olarak izlenmelidir.
- Kaza paylaşımları «*lateral learning*» kavramı kapsamında bazı şirketler tarafından kendi iç bünyelerindeki tüm birimler arasında yapılmaktadır. Lateral Learning **deneyimden öğrenme** şeklinde tercüme edilmiştir. 😊
- Daha güvenli bir laboratuvar ortamı ancak böyle bir düşünsel model (paradigma) değişimi ile sağlanabilir.
- **Ramak kala kaza paylaşımları***nın tüm şirketlerce yapılması idealimiz gerçekleştiğinde laboratuvar ramak kala kazalarında birlikte ele alınması gerektiğini bu platformda vurgulamış olalım.

*Riskyonetimi yahoo grubunda da dile getirilmiştir.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Bir deneme yapmadan önce kendinize sormanız gereken bazı sorular

- Tehlikelerin ortadan kaldırılamayacağı yerler var mı?
- Yapmaya değer mi?
- Tehlikeli sonuç benim, denetçim, kurumum için kabul edilemez mi?
- Yasal sonuçlar var mı? ve ben (amirim, kurumum) rahat mıyım? Yanlış gidebilecek her şey yanlış mı oldu?
- Deneyinize Odaklanın.
- Yapmakta olduğunuz göreve dikkat çekmek, kazaların önlenmesinde kritik öneme sahiptir.
- Her seferinde daha iyi bir deney yapmaya çalışın; **Sürekli gelişim** (Continious improvement).
- Laboratuvarınızda dikkat dağıtıcıları önleyin ve en aza indirin

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Kimyasal yönetim programı

Laboratuvar güvenliğinde kilit bileşen, çalışma koşullarına bağlı

- sıcaklık,
- basınç,
- aşındırıcılık ve
- zehirlilik gibi olası sonuçları öngörmektir.

kimyasalların

- güvenli elleçlenmesi,
- depolanması,
- taşınması ve
- atıkların uygun bertaraf edilmesini sağlayacak *standart talimatlar* oluşmalıdır.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Çevrimiçi Risk Değerlendirme Veri Tabanı kullanımı

<http://www.uq.edu.au/staffdev/index.asp?ProgramType=PEGOHS&Program=PEOWS&Course=OWS010>

- Çevrimiçi **Risk Değerlendirme Veri Tabanı** kullanarak yaptığınız tüm deneyler ve tehlikeli maddeler için bir Risk Değerlendirmesi tamamlayana kadar Laboratuarda çalışmaya başlamamalısınız.
- Bu veritabanlarının işleyişi ile ilgili eğitim düzenli olarak yürütülür ve *adresinde bulunabilir.
- Risk Yönetimi sürekli bir süreçtir. İşyeri tehlikeleri ve riskleri Risk Değerlendirmelerini sağlamak için yılda en az bir kez gözden geçirilmeli ve belirlenen tehlikeleri ve riskleri yönetmek için kontroller kapsamlı, ilgili ve güncel olmalıdır.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Araştırma Projesi Risk Değerlendirme Protokolü örneği

CHEM Laboratory Work Risk Assessment_v4 Custodian: Chem. Doc Control Page 4 of 7
Created: Aug 2003 Last Review: Sept. 2008 Next Review: Sept. 2009

Risk değerlendirmesi, bir araştırma yaparken aşağıdaki adımları göz önünde bulundurmayı içerir. proje:

- **Projenin veya deneyin kapsamını belirleyin.** Projenin amacını, nerede, ne zaman ve nasıl işin yapılacağını tanımlayın, ve işi kim yapacak? Bilgi, beceri ve uzmanlık düzeylerini belirleyin.
- **Maddeleri ve süreçleri / teknikleri tanımlamak** Bu analizde üretilen atıkların bertaraf edilmesini dahil edin.
- **İlgili potansiyel tehlikeleri belirleyin.** Güvenlik veri sayfaları (MSDS) ,etiket veya diğer teknik referans okuyarak kullanılan ve üretilen katı, sıvı, gaz, buhar, toz, buğu veya duman maddeler hakkında bilgi toplayın,.. Başka Proje ile ilgili olası tehlikeler (elektrik, radyasyon, ergonomi vb.). Var mı?

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Araştırma Projesi Risk Değerlendirme Protokolü örneği

CHEM Laboratory Work Risk Assessment_v4 Custodian: Chem. Doc Control Page 4 of 7
Created: Aug 2003 Last Review: Sept. 2008 Next Review: Sept. 2009

• **Risk düzeyini değerlendir** Değerlendirme, ilgili tehlikeler hakkındaki bilginize dayanır ve neler yanlış gidebilir/ olabileceği araştırır. Belirli işler veya görevler ile ilişkili sağlık riskini bir tehlikeli maddeyi baz alarak belirler. Bunu aşağıdakileri dikkate alarak yap;

- • potansiyel sağlık tehlikesinin doğası
- • potansiyel sağlık tehlikesinin şiddeti
- • maruz kalma yolu (inhalasyon, emilim, yutma, inokülasyon), ve
- • maruz kalma seviyesi dahil olmak üzere maruz kalma derecesi: -
- Maruziyetin en aza indirilmesinde kontrol önlemlerinin yeterliliği

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Araştırma Projesi Risk Değerlendirme Protokolü örneği

CHEM Laboratory Work Risk Assessment_v4 Custodian: Chem. Doc Control Page 4 of 7
Created: Aug 2003 Last Review: Sept. 2008 Next Review: Sept. 2009

• **Alınacak eylemleri ve kontrolleri belirleme** Bu, özel koruyucu ekipman kullanımı duman dolabı, özel taşıma prosedürleri, taşırken bir meslektaşın varlığı, gerekli prosedür veya herhangi bir özel bertaraf yöntemi gibi önlemleri içerebilir.

• **İzleme ve gözden geçirme** Laboratuvar İş Risk Değerlendirmesi Dokümanı: İlk değerlendirmenin yapılmasını sağlamak ve kontroller etkinliğini denetlemek için tüm süreç izlenmeli ve gözden geçirilmelidir. Maddelerde, süreçlerde ve prosedürlerde değişiklikler olduğunda risklerin Sorumlulukların tanımlandığı yeni deney tanımının yapıldığı ve risk değerlendirme formunun doldurulması ve kontrollerin yeniden değerlendirilmesi nin anlatıldığı yayında güvenli işletme prosedürleri hazırlanması dahil her şey açıklanmıştır. <https://staff.uow.edu.au/ohs/workingsafely/safeworkprocedures/index.html>

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Pratik bir öneri; GBF ve önemi

GBF incelemesi için aşağıdaki liste maddeleri asla atlanmamalıdır:

1. Uçuculuk (volatility)
2. Zehirlilik, sağlık riskleri ve vücuda giriş yolları
3. Aşındırıcı özellikler
4. Hava, su ve nem ile tepkinlik
5. Malzemenin kendine özgü (unique) özellikleri
6. Güvenlik bilgileri birden fazla kaynaktan doğrulanmalıdır. Güvenli çalışma koşulu oluşturmada titiz olunmalı, en koruyucu olan bilgi esas alınmalıdır
7. N/A ürünün güvenli olduğunu gösteren bir ibare değildir. Daha fazla bilgi edinmek için üreticiden teknik destek alınmalıdır.

4. ULAG Ruhi Oktem 27.4.2018

İyi laboratuvar pratikleri



Gösteri kabini

Ekipman dağılımı



Flexicam

"Bunsen Burner ekranı"

"sarı hat"

4. ULAG Ruhi Oktem 27.4.2018

隔熱護手墊

İçimizde bu yazıyı okuyamayan var mı? 😊

- El koruyucu



<http://www.ab.ust.hk/sepo/training/>

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Genel Laboratuvar Güvenliđi

Ana faktörlerin özeti

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Safety in Exploring Science

- Interactive learning package
- On-line and CD-ROM versions
- <http://resources.em.b.gov.hk/~ses>
- Kendikendine öğrenme programı, SEPO, HKUST <http://www.ab.ust.hk/sepo/training/>



4. ULAG Ruhı Öktem 27.4.2018

Laboratuvar güvenliği yönetimi



4. ULAG Ruhı Öktem 27.4.2018

Termometre

- Dijital termometre
- Rulo olmayan termometre kovanı
- Kırılmaz termometre (bir PVC kaplama, 10-100oC kaplı)
- Düşük toksisiteli civa içermeyen termometre, maksimum 110 / 330oC



4. ULAG Ruhi Öktem

Kontrol önlemleri (öncelik sırası ile)



1. Daha az riskli bir madde kullanın
2. Bu maddenin daha güvenli bir formunu kullanın (örn. Toz yerine çözelti)

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Kontrol Önlemleri (öncelik sırası ile)

3. İşlemi tamamen kapatın (örn. Eldiven kutusu)
4. Süreci kısmi olarak kapatınız (örn. Duman dolabı ile)
5. İyi genel havalandırma sağlayın



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Kontrol önlemleri (öncelik sırası ile)



6. Güvenli çalışma sistemleri
7. Mazuriyet sürelerini azaltın, mesafeyi artırın, hacimleri azaltın
8. Kişisel koruyucu ekipman (birincil koruma için son çare olarak)

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Kendinizi koruma

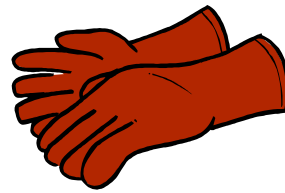


- Risk deęerlendirmesinde belirtilen kıyafetleri ve koruyucu kıyafetleri giyin.
- Laboratuvar ceketleri kapalı tutulmalıdır
- Sandalet veya açık ayakkabı giymeyin
- Uzun saçlar geri bağlanmış olmalı

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Kendiniz koruma-eldivenler

- Çok çeşitli koruyucu eldivenler vardır
- Yapacağınız iş için doğru olanları kullanın
- Çalışacağınız materyallere ve / veya maddelere göre kimyasal koruyucu eldivenler seçmeniz gerektiğini unutmayın.
- Aletleri kullanmadan, telefon etmeden ve laboratuvarı terk etmeden önce eldivenlerinizi çıkarın.



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Laboratuvar Hijyeni

laboratuvara hiçbir zaman yemeyiniz, içmeyiniz veya sigara kullanmayınız.

- Asla kozmetik uygulamayın
Yüzüne, ağızına veya gözlerine asla dokunma
- Kalemleri asla emmeyin veya kalemleri çiğnemeyin
- Ayrılmadan önce ve özellikle yemeden önce ellerinizi yıkayınız.



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Laboratuvarda genel tehlikeler nelerdir?

- Yangın
- Cam kablara kırılması
- Keskin şeyler
- Dökülmeler
- Basınçlı ekipman ve gaz silindireleri
- Isı ve soğğun ekstremes
- Kimyasal tehlikeler
- Biyolojik tehlikeler
- Radyasyon
- Ve daha fazlası



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Yangınlardan kaçınma

Yanıcı maddeler

- Minimum miktarı kullan
- Özel saklama dolabında saklayın
- Sıcaklık kontrollü ısıtma kaynakları kullanın
- (örneğin sıcak plaka veya Bunsen brülör yerine su banyosu)



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Yangın hasarını en aza indirin

- Koridorun yangın kapılarının ve laboratuvar kapılarının her zaman kapalı tutulduğundan emin olun.



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Yangın Güvenliđi



- Ne yapacađınızı bildiđinizden emin olun:
- Ateş varsa
- Yangın alarmını duyarsanız
- Ekibin bir üyesiyseniz, yıllık olarak yangın eğitime katılmalısınız. Yüksek lisans mezunları da bunu yapmayı ciddi olarak düşünmelidir.

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Cam kaplar

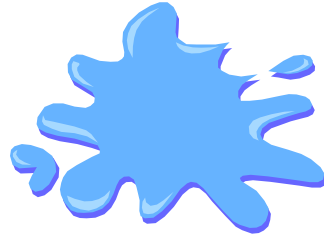
- Tüplerin cam malzemelere yerleştirilmesi için doğru teknikleri kullanın
- İş için tasarlanmadığı ve uygun şekilde korunmadığı sürece, cam eşyayı asla basınç veya vakum altında kullanmayın.
- Yırtık veya kırık cam eşyalarınızı atın - bu sizin ve başkaları için bir risktir
- Her zaman kırık camı genel bir çöp kutusuna atmayın cam bir kaba veya kırıklar için kutuya atın



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Saçılımlar

- Dökülmeyi derhal temizle
- Bunu, risk değerlendirmenizin bir parçası olarak nasıl yapacağınızı zaten belirlediniz.
- Tehlikeli maddeleri zehirli atık olarak atın.
- Dağınık işçiler genellikle zavallı işçilerdir!!



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Basınçlı gaz tüpleri

- Resmi eğitim olmadan asla kullanmayın
- Laboratuardaki sayıyı en aza indirin
- Mümkünse harici olarak depolayın
- Silindirler ağırdır ve düşerlerse ciddi hasarlar verebilirler
- Kullandıklarında zincirli olduklarından emin olun.
- Sadece bir silindir arabası ile hareket ettirin
- İlgili gaz için uygun regülatörleri ve kontrol ekipmanlarını kullanın
- Silindiriniz sızdığına sonuçları dikkate alın



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Kiryojenikler

- Sıvı gazlar aşırı derecede soğuk ve yanıklara neden olabilir
- Sıvı gazlar buharlaşır ve birçok kişi boğulmaya neden olabilir
- Bir asansörde kriyojenleri almanız gerekiyorsa, takip etmek için özel prosedürler vardır - amirinize veya teknik süpervizörünüzle konuşun
- Bunları kullanmak için özel eğitim almalısınız.



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Elektriksel ekipman

- Her zaman kullanmadan önce elektrikli ekipman üzerinde görsel bir kontrol yapın, belirgin aşınma veya kusurları araştırın.
- Tüm taşınabilir elektrikli ekipmanların güncel bir "PAT testi" etiketi olmalıdır.
- **ASLA** arızalı ekipman kullanmayın



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Genel Düzenlilik

- İşyerinizi düzenli tutun
- Atıkları temizleyin, yıkamakla uğraşın ve onlarla bitirdiğinizde bir şeyler koyun.
- İşleri bırakmadan önce her şeyin güvende olduğundan emin olun.
- Düzenli bir laboratuvar herkes için kazaları önler



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Laboratuvar ekipmanı

- Eğitimli olmadığınız ve bunu yapma yetkiniz olmadığı sürece hiçbir zaman laboratuvar ekipmanı kullanmayın.
- Kendinizi incitmenin yanı sıra çok maliyetli hasarlara da neden olabilirsiniz.



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

İlk Yardım

- Tüm laboratuvar çalışanları basit ilk yardım eğitiminden geçmelidir.
- TM kimyasal sıçraması iin 10 dakika bol su ile yıkayın.
- Cam gibi yabancı cisimlerden kaçının, direkt basınla kanamayı kontrol edin
- Tm kazaları amirinize veya departman gvenlik grevlinize bildirin



4. ULAG Ruhi ktem 27.4.2018

Saėlıėınızı koruma



- Laboratuvar materyallerine karşı alerjiniz varsa veya laboratuvarda sizi etkileyebilecek bir tıbbi rahatsızlıėınız varsa (rn. Diyabet veya epilepsi), amirinizin bilmesini saėlayın.

4. ULAG Ruhi ktem 27.4.2018

Atık Malzemeler

- Risk değerlendirmenizin bir kısmı atık laboratuvar malzemelerinin güvenli bir şekilde nasıl atılacağını belirlemek olacaktır.
- Çözücüler ve yağlar doğru atık şişesine veya tamburuna ayrılmalıdır.
- Bölümünüz kimyasal veya biyolojik materyallerle ne yapacağınızı belirlemenize yardımcı olacaktır.
- Malzemeyi izin verilmedikçe normal atıklarla birlikte drenaja tahliye etmeyiniz.



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Normal saatler dışında ve hafta sonlarında çalışmak



- Normal saatlerin dışında çalışmadan önce eğitim kurslarına katılmanız ve Bölüm Müdürünüzün iznine sahip olmanız gerekecektir.
- Çoğu deneysel çalışmaya izin verilmez
- Amiriniz gereksinimleri daha detaylı açıklayacaktır

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

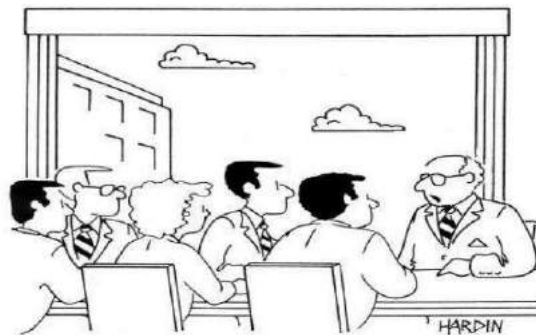
Şüphedeysen - SOR!!!

- Tamamen eğitilmiş olana ve güvenli çalışma için gerekli önlemlerini anlayana kadar yeni veya alışılmamış bir prosedürü gerçekleştirmeyin.
TAHMİN YAPMAYIN !!!!



4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

«Tüm risklerden kaçınma riski hariç her olası risk üzerinde durduk 😊»



"We've considered every potential risk except the risks of avoiding all risks."

PECB

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Tesekkürler 😊

4. ULAG Ruhi Öktem 27.4.2018

Laboratuvarlarda İş Sağlığı Biyolojik İzlem Meslek Hastalıkları



Dr. M. Celal MESTÇİOĞLU
İstanbul Tabip Odası
İşyeri Hekimliği Komisyonu

“Her şey zehirdir, mühim olan
dozdur.”

Her kimyasal madde
uygun yolla,
uygun dozda,
canlı organizmaya girdiğinde zararlı etki
meydana getirme kapasitesine sahiptir.

İş Sağlığı

- Periyodik muayenelerimiz; maruziyet esaslı olmalıdır
- Diğer bir deyişle somut verilere dayanarak,
- çalışanların maruziyetlerinin kontrol edilmesidir
- Peki maruziyetleri nereden bileceğiz?

İş Sağlığı / Biyolojik İzlem

- Risk değerlendirmeleri, ana kaynaktır,
- Çalışanların yakınmaları, tali veriler,
- Sonrasında, saha gözlemleri ile deneyim ve birikiminizin işinize katacakları.

Kimyasallar ; Laboratuarda ki genel etkilenim gelişecek

Tüpler

Balkonlar

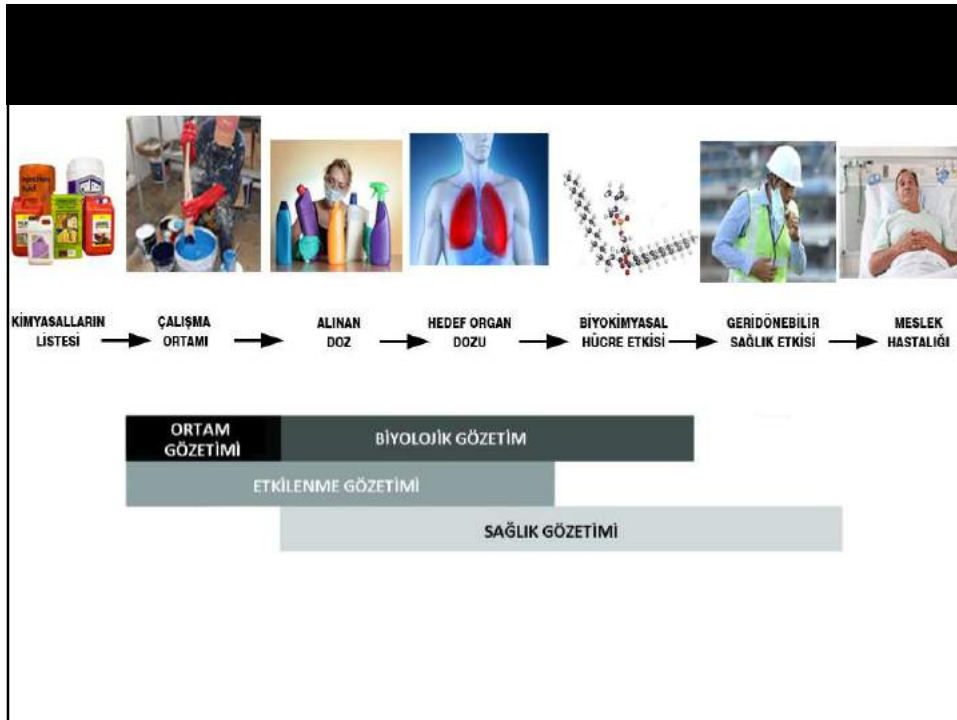
Klima – biogüvenlik

Radyasyon (iyonize – non iyonize)

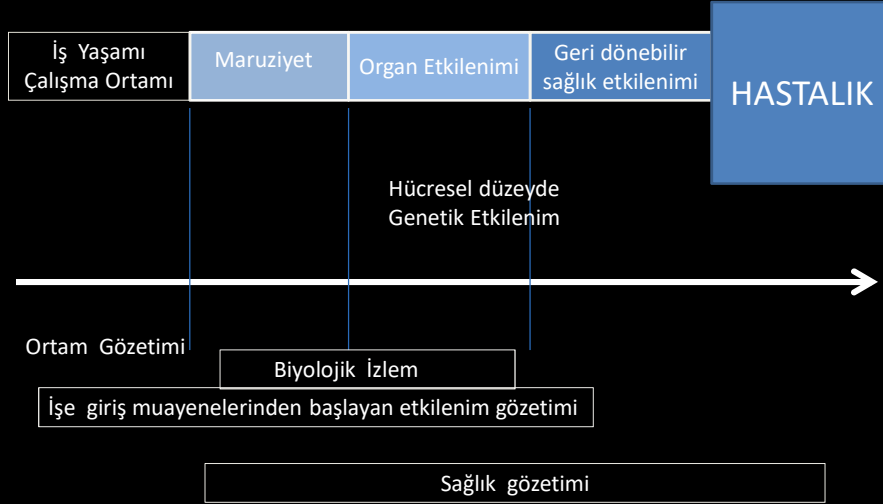
Ergonomi

Gürültü

Kişisel Sağlığın geliştirilmesi



Nedir İşyerlerinde Sağlık Gözetimi ?



Etkilenme-Maruz Kalma (Exposure) tayini

Ortam ölçümleri

Tehlikenin ortam düzeyinin belirlenmesi.

Dolaylı ölçümdür.

Biyolojik izlem

Gerçek etkilenme ölçümüdür. Tehlikenin kendisi, metaboliti yada insan vücudundaki etkisi incelenebilir.

Ortam Ölçümleri

- Kişinin etkilenmesinin tahminine yöneliktir
- Mümkün olduğu kadar karıştırıcı faktörler ortadan kaldırılmalıdır.
- Kimyasalın tek giriş yolu değerlendirilebilir.
- İşyeri dışındaki etkilenmeler gözardı edilir.

Kimyasalların Vücuda Alınmasını Etkileyen Faktörler

- Farklı yerlerde kimyasalların konsantrasyonundaki değişiklik
- Farklı zaman noktalarında kimyasalların konsantrasyonundaki değişiklik
- Partikül büyüklüğü ve partikülün aerodinamik özellikleri
- Kimyasalın çözünübilirlik özellikleri
- Çeşitli emilim yolu seçenekleri (deri,sindirim vb)

Kimyasalların Vücuda Alınmasını Etkileyen Faktörler

- Koruyucu cihazlar ve etkinlikleri
- Solunum hacimleri (iş yük-iş enerji istemleri)
- Kişisel alışkanlıklar
- İşyeri dışındaki maruziyetler
- Kimyasalların doku dağılımı ve depolanması

Biyolojik İzlem

Biyolojik İzlem, 1980 yılında EEC, NIOSH ve OSHA tarafından şöyle tanımlanmıştır

“Zararlı ajanların, kendilerinin veya metabolitlerinin vücut dokusunda, vücut sıvılarında, vücut salgılarında ve solunum havasında ölçülmesi ve tespit edilmesi yöntemidir.”

Biyolojik İzlem Tanım

Etkilenme deęerlendirmesi için, doęal ve sentetik kimyasalların bireyin doku ve sıvılarından alınan numunelerde ölçümünü baz alan bilimsel bir tekniktir.

Kan, idrar, anne sütü ve exhale hava, saç, tırnaklar, yağ, kemik, diş, mekonyum ve dięer dokular da örneklenebilir.

Biyolojik İzlem Parametreleri

- Kimyasalın kendisi
 - Soluk havasında çözücü
 - Kanda çözücü
 - Saç telinde arsenik
- Kimyasalın metaboliti
 - İdrarda yada kanda metabolit
- Kimyasalın etkisinin ölçülmesi
 - Karacięer enzimleri
 - Hormon ve enzimler üzerine etkisi
 - Kolinesteraz aktivitesi
 - Fonksiyonlar üzerine etkisi
 - Solunum fonksiyon testlerinde deęişim

Örnekleme Zamanı

Kan kurşun düzeyi tespiti için çalışma periyodunun sonunda örnek almak gerekli değildir.

Solunum etkilenimi için ise...

Ancak solvent metaboliti aranacaksa...

- Hepatit aşısı

İzlem kaynakları

<http://chem.sis.nlm.nih.gov/chemidplus/>

[http://dnel-en.itrust.de/nxt/gateway.dll/dnel_en/000000.xml?f=templates\\$fn=default.htm\\$vid=dneleng:ddebeng\\$3.0/](http://dnel-en.itrust.de/nxt/gateway.dll/dnel_en/000000.xml?f=templates$fn=default.htm$vid=dneleng:ddebeng$3.0/)

http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis_de/000000.xml?f=templates&fn=default.htm&vid=gestisdeu:sdbdeu

<http://amcaw.ifa.dguv.de/WForm09.aspx>

<http://limitvalue.ifa.dguv.de/>

<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/9783527812127>

<https://www.cdc.gov/niosh/npg/npgsyn-h.html>

<https://www.atsdr.cdc.gov/toxprofiles/index.asp>

http://www.dfg.de/en/dfg_profile/statutory_bodies/senate/health_hazards/structure/working_groups/derivation_mak/index.html

<http://www.toxi.ucl.ac.be/documents/table.htm>











https://www.ser.nl/en/oel_database/overview_names.aspx

MSDS – Malzeme Güvenlik Bilgi Formları



1. Madde / Müstahzar ve Şirket / İş Sahibinin Tanıtımı
2. **Tehlikelerin Tanıtımı**
3. Bileşimi / İçindekiler Hakkında Bilgi
4. **İlk Yardım Önlemleri**
5. Yangınla Mücadele Önlemleri
6. Kaza Sonucu Yayılmaya Karşı Önlemler
7. Kullanım ve Depolama
8. **Maruziyet Kontrolleri / KKD**
9. Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri
10. Kararlılık ve Reaktivite (Tepkime)
11. **Toksikolojik Bilgiler**
12. Ekolojik Bilgi
13. Bertaraf Bilgileri
14. Taşımacılık Bilgisi
15. Mevzuat Bilgisi
16. Diğer Bilgiler

Tehlikelerin Tanıtımı

EK-5
ZARARLILIK İŞARETLERİ

| | | | | | |
|-------------------------------|--|---|---|--|--|
| Fiziksel zararlılıklar | GHS01  | GHS02  | GHS03  | GHS04  | GHS05*  |
| Sağlığa ilişkin zararlılıklar | GHS05*  | GHS06  | GHS07  | GHS08  | |
| Çevresel Zararlılıklar | GHS09  | Toplam 9 İşaret ! | | | |
| | *GHS05 : Fiziksel-Sağlık | | | | |

ÖRNEK KİMYASAL ETİKETİ NASIL OLMALI? (Minimum Gereklilikler)

| | | | |
|--|--|--|----------------------|
| Ürün Tanımlayıcı Bilgiler (İsmi, İçerdiği Ürünler vb.) | GG Yüzey Temizleyici EC No: Cas No: | Alevlenir Sıvı 2 | Uyarı Kelimeleri |
| Zararlılık İşaretleri |   | H226 Alevlenir sıvı ve buhar. H400 Suçul ortamda çok toksiktir. H413 Suçul ortamda uzun süre kalıcı, zararli etki yapabilir. | Zararlılık İfadeleri |
| Tedarikçi veya Üretici Bilgileri | Göktağ GÜL A.Ş. Kocaelispor Mah. Şampiyon Cd. No:4/1 İzmit/KOCAELİ 0262 441 41 41 | P101 Tıbbi tavsiye gerekiyorsa, ambalajı veya etiketi saklayın. P102 Çocukların erişemeyeceği yerde saklayın P103 Kullanmadan önce etiketi okuyun. | Önlem İfadeleri |
| | | Bütanol içerikli malzemelerle birlikte kullanmayınız. | İlave Bilgiler |

Kimyasal Maruziyet Risk Değerlendirmesi

- **Kimyasal Maruziyet Risk Değerlendirme Yöntemleri**
 - **Potansiyel Risk Hiyerarşi Yöntemi** The Institut National de Recherche et de Sécurité (INRS)
 - **Stoffenmanager Yöntemi** Hollandalı ArboUnie ve TNO Kimyasal Araştırma Şirketi
 - **KjemiRisk Yöntemi** Norveçli yağ endüstri şirketleri
 - **Semi-Quantitative Risk Assessment (SQRA) Yöntemi** Singapur Çalışma Bakanlığı
 - **Dow Chemical Exposure Index (CEI) Yöntemi**
 - **Control of Substances Hazardous to Health Regulations- Sağlık Açısından Tehlikeli Kimyasalların Kontrolü (COSHH) ve International Chemical Control Toolkit- Uluslararası Kimyasalların Kontrol Sistemi (ICCT)**

COSHH-ILO Chemical Control Toolkit Yöntemi

- 1998 yılında İngiltere Sağlık ve Güvenlik İdaresi (HSE) mesleki maruziyetin kontrolü amacıyla COSHH sistemini geliştirmiştir. Aynı amaçla Uluslar arası Çalışma Örgütü (ILO), Uluslararası İş Hijyeni Derneği (IOHA) desteğiyle ICCT Sistemi'ni geliştirmiştir. Her iki sistem de Kontrol Bandı-Aralığı Yaklaşımı esas alınarak oluşturulmuştur.

| Kontrol Yöntemi Risk Derecesi Seçimi | | | | |
|---|------------------------------|---------------|---------------|-------------------------------|
| Kullanılan Miktar | Düşük Tozlanma veya Uçuculuk | Orta Uçuculuk | Orta Tozlanma | Yüksek Tozlanma veya Uçuculuk |
| Tehlike Kontrol Bandı A | | | | |
| Az | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Orta | 1 | 1 | 1 | 2 |
| Çok | 1 | 1 | 2 | 2 |
| Tehlike Kontrol Bandı B | | | | |
| Az | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Orta | 1 | 2 | 2 | 2 |
| Çok | 1 | 2 | 3 | 3 |
| Tehlike Kontrol Bandı C | | | | |
| Az | 1 | 2 | 1 | 2 |
| Orta | 2 | 3 | 3 | 3 |
| Çok | 2 | 4 | 4 | 4 |
| Tehlike Kontrol Bandı D | | | | |
| Az | 2 | 3 | 2 | 3 |
| Orta | 3 | 4 | 4 | 4 |
| Çok | 3 | 4 | 4 | 4 |
| Tehlike Kontrol Bandı E | | | | |
| Tehlike Kontrol Bandı E'ye ait olan tüm maddeler için kontrol yöntemi 4 seçilir | | | | |



Neden Meslek Hastalığı OLUR

Kişinin çalışması sırasında karşılaştığı etkenlerden kaynaklanan ve bu nedenle belirli meslekler ve çalışma alanlarında toplumun geneline göre **daha sık rastlanan hastalıklardır.**





Fidler's Boynu

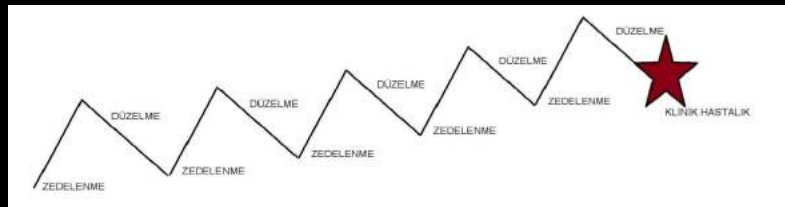
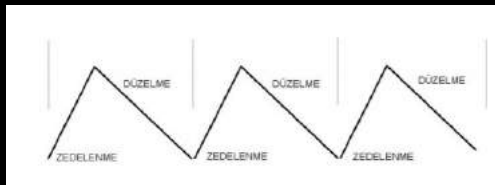


Neden Meslek Hastalığı OLUR

- Karaciğerimiz kimyasallarla hiç karşılaşmaz mı?
- Gürültüye hiç maruz kalmaz mıyız?
- Yük taşımaz mıyız?

Recovery (Geri dönme – Düzeltme)

Zedelenmelerin düzelmesine izin vermek



İş Sağlıkçısının Meslek Hastalığı



Korumak, koruma politikalarını belirlemek ve hayata geçirmek için meslek hastalıklarını erken evrede saptamak hedefimizdir.

Biz iş sağlıkçılar;

- İnsanlar sağır olduktan sonra onlara Meslekte Kazanma Gücü Azalma Oranı belirlemek için değil...
- İnsanlar emekliliklerinde
 - Kuş seslerini duyabilsin diye
 - Torunlarının civıltısını duysun diye
 - Sevdikleri müzikleri aynı zevkle dinleyebilsinler diye...

TEŞEKKÜRLER

Mahmut Celal MESTÇİOĞLU
mcmestcioglu@gmail.com



TMMOB

KİMYA MÜHENDİSLERİ ODASI

İSTANBUL ŞUBESİ

Adres: Caferağa Mah. General Asım Gündüz Cad. No:37
Yeğiner Apt. B Blok D:7 K:4 Kadıköy-İstanbul

Tel: 0216 449 37 10-11-12 Faks: 0216 449 37 13
GSM: 0533 486 55 49 Web: www.kmo.org.tr