



Akreditasyon Danışmanlık

Konusunda 25 yıllık bilgi ve deneyimini sizinle paylaşmak için!

ISO 17025 Laboratuvar Akreditasyonu

Teknik Kriterleri

İbrahim AKDAĞ

Kimya Mühendisi

ATAKENT 3.ETAP B.32 Blok D.14 Atakent Mah. 34303 Küçükçekmece-İSTANBUL

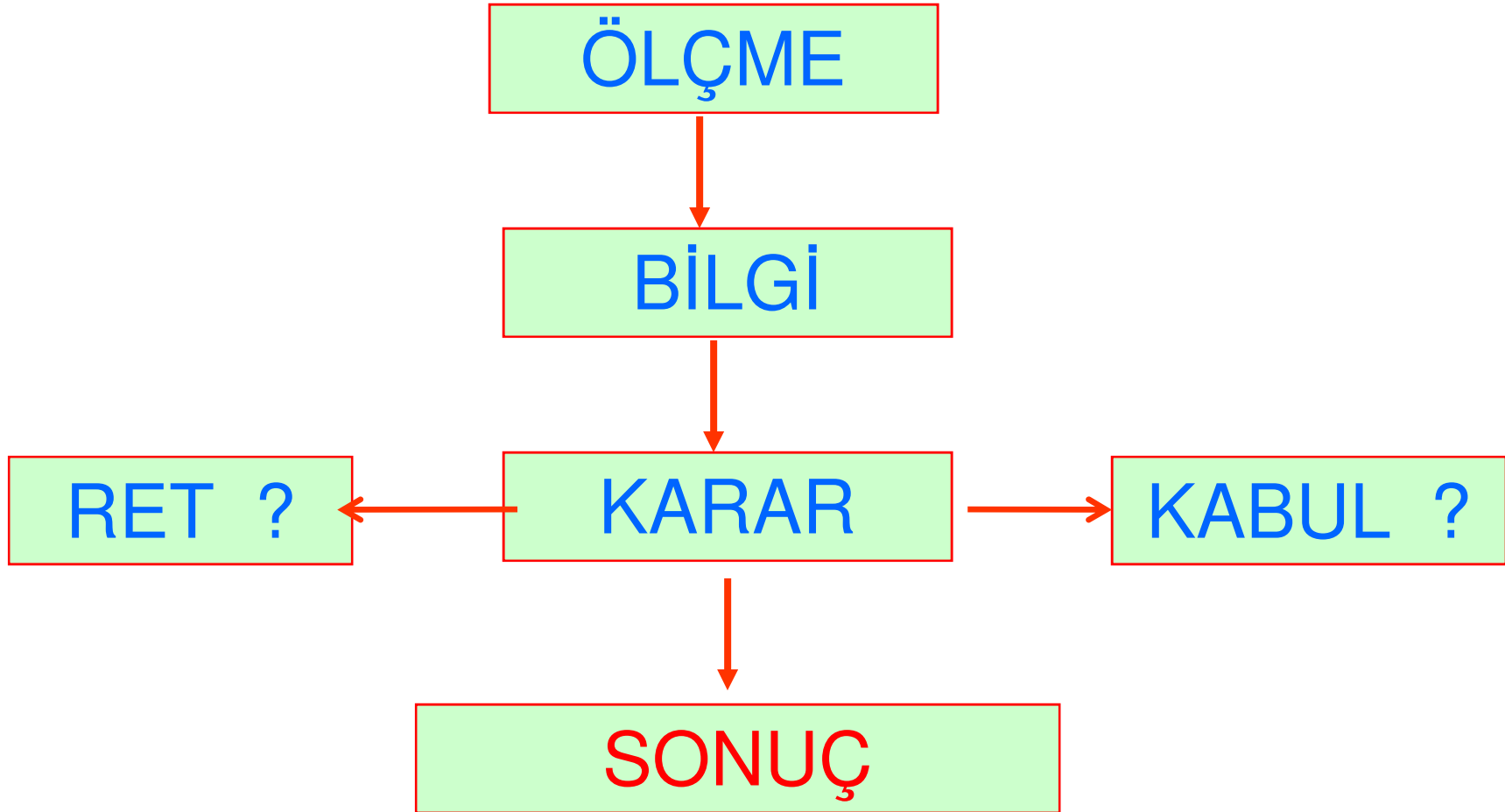
Tel-Fax: 0212-698 73 01 Cep: 0505-652 78 14

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

Seminer İeriđi

- Akreditasyon teknik kriterleri
- Metot Validasyonu
- Cihaz validasyonu ve kalibrasyonu
- Ölüm belirsizliđi
- Referans maddeler
- İzlenebilirlik
- Yeterlilik testleri

Ölçümün Amacı



Test Analiz ve Ölçmenin Amacı

- ✓ Test ve analizin amacı ölçüm sonucuna dayanarak karar oluşturmaktır.

Bu karar

- ✓ Bir ürünün belli standartlara uygunluğu
- ✓ Bir ürünün belli kalite kriterlerine uygunluğu
- ✓ Bir üretim prosesin kontrolü
- ✓ Kanuni kararlar için kriter
- ✓ Gıda ve çevre kontrol
- ✓ Sağlık tanı ve tedavi kontrol
- ✓ Ürünlerin ticari olarak değerlendirilmesi, sınıflanması

Test ve Analiz Sonuçları

✓ Güvenilir olmalı

- ✓ Doğru
- ✓ Tekrarlanabilir
- ✓ Belirlenen amaca uygun kalitede olmalı
- ✓ Karşılaştırılabilir olmalı
- ✓ Ulusal ve uluslararası boyutta karşılaştırılabilir olmalı

Nasıl?

Güvenilir Analiz Koşulları (VAM Prensipleri)

- ✓ Belirlenen (müşteri) ihtiyaçlara göre analiz metodu kullanılmalı
- ✓ Yeterli eğitim ve deneyimli personel
- ✓ *Valide edilmiş metot ve ölçüm cihazları kullanılmalı*
- ✓ Ölçüm sonuçlarının karşılaştırılabilir olması(ölçümler **izlenebilir olmalı ve belirsizliği** hesaplanmalı)
- ✓ Kalite güvence sistemine ve istatistik kalite kontrol sistemine sahip olmalı(İç QC)
- ✓ Dış kalite kontrol (PT) sistemi olmalı

VAM : Valid Analytical Measurement- LGC İngiltere

Nasıl?

Akreditasyon 5 N+1K

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

Nedir?

Laboratuvar Akreditasyonu

Akreditasyon: (ISO 17025)

- ✓ Laboratuvarlar için uygulanan kalite sistemidir.
- ✓ Laboratuvarın, *belirli kalibrasyon veya testleri*, laboratuvar tarafından beyan edilen belirsizlik deęerleri dahilinde gerekleřtirmeye yeterli olduęunun, baęımsız bir organizasyon tarafından onaylanmasıdır.
- ✓ Laboratuvarın, akreditasyon kapsamı dahilindeki test ve analizleri gerekleřtirebilecek yeterlilikte olduęunun göstergesidir.

Neden ?

Laboratuvar Akreditasyonu

- ✓ Laboratuvar kalite sistemini kanıtlamak için,
- ✓ Üçüncü şahıs taraflar laboratuvarın ürettiği raporlara güven duymasını sağlaması için.
- ✓ Laboratuvarın kendi yaptığıın işe güven duymasını sağlaması için.
- ✓ Yasal kurumlar gerekli ve zorunlu kıldığı için

Nasıl ?

Laboratuvar Akreditasyonu

- ✓ Standardın tüm şartlarını yerine getirerek .
- ✓ Yönetim Şartları (4.Bölüm)
- ✓ Teknik Şartlar (5. Bölüm)
- ✓ Uluslar arası tanınmış akreditasyon kurumu tarafından standardın şartlarını yerine getirdiği denetim sonucu onaylanarak
- ✓ Periyodik denetimlerle akreditasyon koşullarını sürdürdüğünü kanıtlayarak

Akreditasyon için gerekenler(OPPK)

- ✓ **Organizasyon** (Kalite Sistemi için)
- ✓ **Prosesler** (Yapılan işlere ait süreçler tanımlanmalı)
- ✓ **Prosedürler** (yapılan işlerin nasıl yapıldığı yazılı olarak belirlenmeli)
- ✓ **Kaynaklar** (Laboratuvarın yapacağı test ve analizler için yeterli kaynaklara sahip olması gerekir)
 - ✓ Laboratuvar alt yapısı (bina, yerleşim, ortam koşulları)
 - ✓ Cihazlar, standartlar, referanslar
- ✓ **İnsan Kaynakları**

ISO 17025 Laboratuvar Akreditasyon Standardı

Yönetim Sistemi Kriterler

- ✓ 4.1. Organizasyon ve Yönetim
- ✓ 4.2. Kalite Yönetim Sistemi
- ✓ 4.3. Dokümantasyon Kontrolü
- ✓ 4.4. Talep teklif veya sözleşmenin gözden geçirilmesi
- ✓ 4.5. Taşeron Kullanımı
- ✓ 4.6. Satın alma
- ✓ 4.7. Müşteriye hizmet
- ✓ 4.8. Şikayetler
- ✓ 4.9. Uygun olmayan işlerin kontrolü
- ✓ 4.10 İyileştirme (yeni madde)
- ✓ 4.11. Düzeltici Faaliyetler
- ✓ 4.12. Önleyici Faaliyetler
- ✓ 4.13. Kayıtların kontrolü
- ✓ 4.14. İç denetimler (audit)
- ✓ 4.15 Yönetimin gözden geçirmesi

Laboratuvar Akreditasyonu

Teknik Kriterler-Yeterlilik Şartları

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

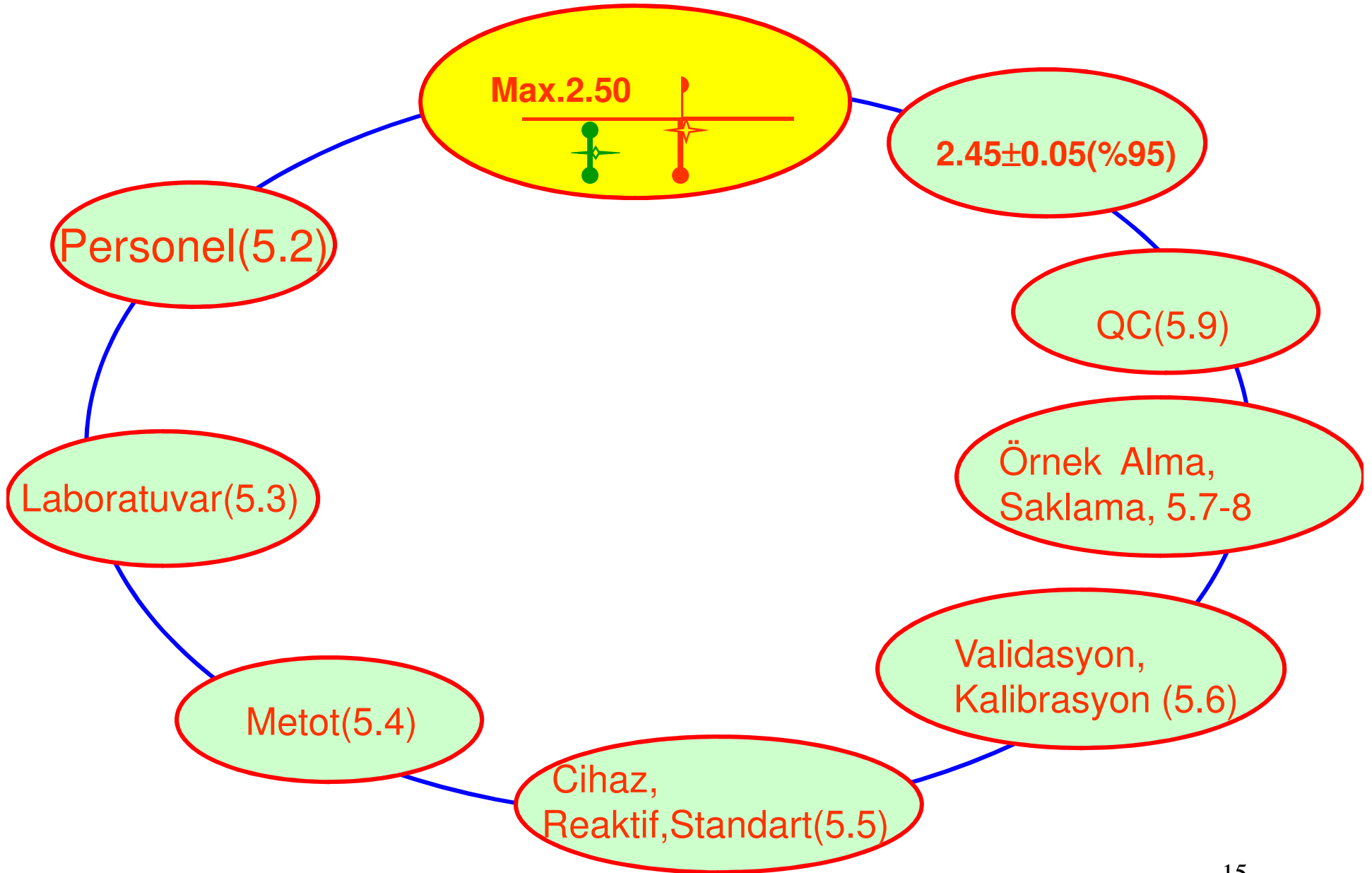
Teknik Koşulların Sağlanması ve Bilimsellik !!!

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

✓ Bilimsel yöntemlerin uygulanması *insan faktörüne bağlıdır.*

✓ *Akreditasyon yeterli eğitim almış ve deneyim sahibi kişilerce uygulandığında istenen kalite artışını sağlayabilir.*

Teknik Koşulların Sağlanması Çevrimi



Kalite Elemanları

Ölçüm Belirsizliği

Yeterlilik Testleri

Referans Maddeler

Kalite Kontrol

Metot Validasyonu

İzlenebilirlik

Cihaz Validasyonu

Eleman Eğitimi ve Deneyimi

Duyduğumu unuturum,
Gördüğümü hatırlarım,
Yaptığımı anlarım.
(Çin Atasözü)

Deneyimin önemi !!

5.2. Personel Yeterliliđi

- ✓ Her görev için gerekli personel nitelikleri belirlenmelidir.
- ✓ Her işi yapacak personel tanımlanmalı yetkilendirme ve sorumluluk belirlenmelidir.
- ✓ Personelin eğitim ihtiyaçları belirlenmeli ve yaptıkları işe uygun eğitimleri planlanmalı ve uygulanmalıdır.
- ✓ Personelin yaptığı işle ilgili performansı ölçülerek dokümante edilmelidir.

5.3 Yerleşim ve çevre koşulları

- ✓ **5.3.1** Enerji kaynakları, aydınlatma ve çevre koşulları testlerin ve/veya kalibrasyonların doğru yapılmasını sağlayacak şekilde olmalıdır.
- ✓ Test ve kalibrasyon sonuçlarını etkileyebilecek yerleşim ve çevresel koşullara ilişkin teknik gereksinimler belgelendirilmelidir.
- ✓ **5.3.2** Çevresel koşullar test ve/veya kalibrasyon sonuçlarını tehlikeye atıyorsa test ve/veya kalibrasyon durdurulmalıdır.
- ✓ Sıcaklık, havalandırma, toz, genel temizlik parametreleri kontrol edilmelidir.

5.4. Test ve Analiz Metotları

- ✓ Metotların Seçimi
- ✓ Amaca uygunluğunun kontrolü
- ✓ Metot Validasyonu
- ✓ Metodun rutin kullanımı sırasında kontrol altında tutulması (KK)

Metot Validasyonu

5 N+1K

Metot Validasyonu

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

Metot Validasyonu

Nedir ?

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

Metot Validasyonu

Neden ?

- ✓ Bir metotla yapılan ölçümün sonuçları bir çok faktöre bağlıdır.(Laboratuvar koşulları, cihaz, kullanılan kimyasal madde , standart, operatör deneyimi)
- ✓ Bu nedenle metodun ölçüm sonucuna etki eden parametreleri tek tek ölçülerek ölçüm sonucuna etkileri belirlenmeli ve ölçülmelidir.

Metot Validasyonu

Ne zaman ?

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

Nasıl ?

Validasyon Planı

- ✓ Analitik ölçüm gereksiniminin belirlenmesi
- ✓ Metot Validasyon Strateji Planı yapılması
- ✓ Validasyon deneylerinin yapılması
- ✓ Validasyon raporunun hazırlanması
- ✓ Uygulama eğitimi ve transfer
- ✓ Kalite kontrol (istatiksel kontrol)

Metot Dokümantasyonu

- ✓ Validasyon işlemi tamamlandıktan sonra metot SOP olarak yazılmalı ve Laboratuvar Kalite al kitabındaki doküman kontrol prosedürüne göre kullanıma alınmalıdır.
- ✓ Metot dokümantasyonu belli bir standarda göre yapılmalıdır. (ISO 78/2)
 - ✓ Metot SOP
 - ✓ Validasyon sonuçları ve raporu
 - ✓ Belirsizlik hesaplama sonuçları ve raporu (amaca uygunluk kontrolü)
 - ✓ KK prosedürü ve diyagramları (istatistiksel kalite kontrol)

Cihaz Validasyonu 5N+1K

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

- ✓ *Teknik Özellikler (Specification Qualification(SQ))*
- ✓ *Montaj (Installation Qualification (IQ))*
- ✓ *Çalışma –fonksiyon test (Operational Qualification (OQ))*
- ✓ *Performans Testleri (Performance Qualification (PQ))*

Kalibrasyon

- ✓ *Kalibrasyon:* Belli kořullarda bir ölçüm cihazının gösterdiği deęer ile referansın gösterdiği deęer arasındaki iliřkiyi belirlemek için yapılan işlemlerdir.
- ✓ Kalibrasyon sonucunda ölçüm cihazının gösterdiği deęerin referans deęerle farkı belirlenir.
- ✓ Ölçüm cihazının kalibrasyon belirsizlięi belirlenir.
- ✓ Kalibrasyon aslında bir gözlemdir ve ayar işlemini içermez ???

Kalibrasyon ?

- ✓ Ölçüm cihazı sinyali ile ölçümü yapılan büyüklük arasındaki bağıntıyı belirleme işlemi
- ✓ *Cihaz kalibrasyonu*: Ölçüm cihazının fiziksel parametrelerinin kalibrasyonu (örneğin dalga boyu, absorban, akış hızı gibi)
- ✓ *Analitik kalibrasyon*: Analiz edilen kimyasal madde konsantrasyonu ile ölçüm cihazından elde edilen sinyal arasındaki bağıntıyı belirleme işlemi

UV Analitik Kalibrasyon

Normal Kalibrasyon

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

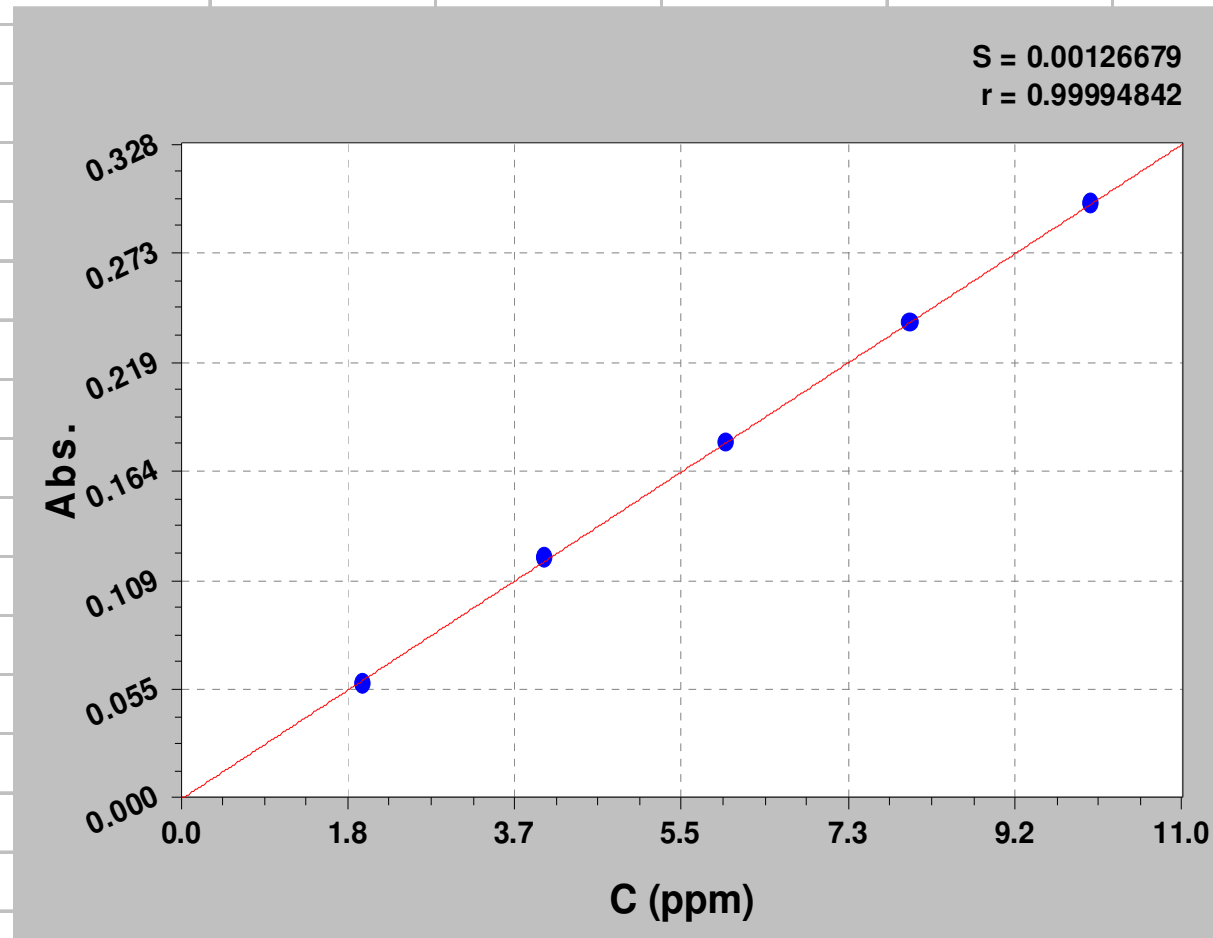
Örnek	0.162
Cör(ppm)	5.4

Linear Fit: $y=a+bx$

Coefficient Data:

a = -0.00024

b = 0.029814



Kimyasal analizlerde analitik cihazının işlevi

Analitik cihaz kimyasal özelliği ölçülebilir bir fiziksel büyüklüğe dönüştürmektir.

Analitik Cihazın Performans Özellikleri

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

Kalibrasyon-Kim

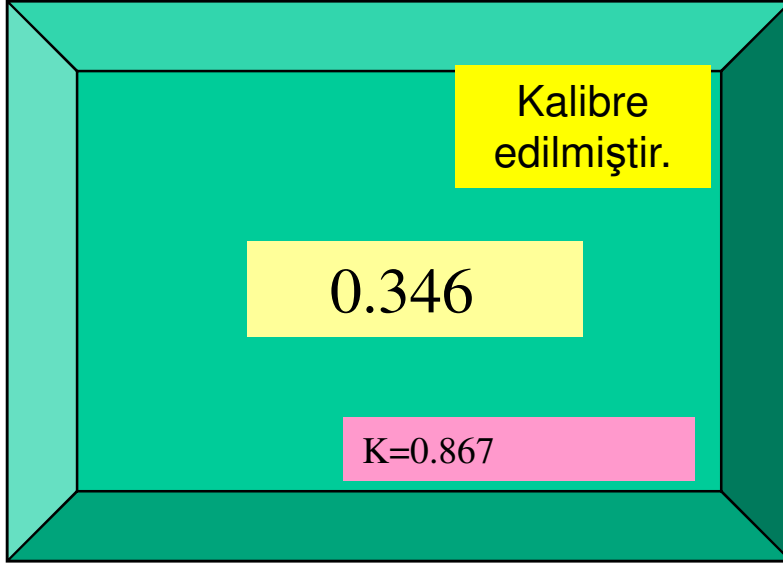
- ✓ *Kalibrasyon:* Kalibrasyon için yeterliliği olan kişi-laboratuvar yapabilir.
- ✓ Kalibrasyon İçin gereklilikler:
- ✓ 1-Kalibrasyon Standardı (referans)
- ✓ 2-Kalibrasyon Prosedürü
- ✓ 3-Yeterli bilgi ve deneyime sahip personel
- ✓ 4-Kalibrasyon sonuçlarının doğru şekilde hesaplanması ve belgelendirilmesi

Hangi Cihazlar için kalibrasyon gerekli

Laboratuvarda kullanılan cihazlar kullanım amacına göre üç ana gruba ayrılır.

- ✓ *1-Ölçüm cihazları*
- ✓ *2-Sabit koşulların gerektirdiği cihazlar*
- ✓ *3- Deneysel işlemi gerçekleştirmede kullanılan ve sonuca doğrudan etkisi olmayan cihazlar.*
- ✓ *1. Grup kalibrasyon önemli (Terazı, Balon, Pipet)*
- ✓ *2. Grup sabit koşulların aralığına bağılı olarak kalibrasyon gerekli (Etüv,)*
- ✓ *3.kalibrasyon gerekrirmez (Beher, Erlen, Hot-Plate)*

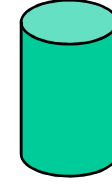
Fiziksel Ölçme ve Kalibrasyon



Ölçüm Cihazı

Kalibrasyon= Karşılaştırma

Kalibrasyon= Karşılaştırma



Referans: 0.300

$f(\text{cihaz})=k*\text{Standart}$

$k=0.300/0.346=0.667$

Kalibrasyon sertifikası

Mikropipet 100-1000 ul		
Gerçek değer (μL)	Gösterge Değeri (μL)	Sapma (μL)
100	94	-6
500	495	-5
1000	998	-2

Belirsizlik $k=2$ ± 13 (μL)

210 g	0.0001 g	$\pm 1.64 \times 10^{-4} + 1.02 \times 10^{-5} * W$ g
-------	----------	---

Kalibrasyon Periyodu

Kalibrasyon periyodu:

- ✓ Cihazın tipine ve modeline
- ✓ Cihazın kullanım süresine ve sıklığına
- ✓ Cihazın kararlılığına
- ✓ *Kalibrasyon periyodunu belirlerken en önemli kriter , bir sonraki kalibrasyon yapıldığında cihaz belirlenen sınırlar içinde olmalıdır.*

Ölçüm Belirsizliği $5N+1K$

Ölçüm Belirsizliği (Ölçüm Kalitesi)

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

Ölçüm Belirsizliği

Ölçüm belirsizliği nedir ?

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



Ölçüm Belirsizliği

Neden gereklidir ?

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

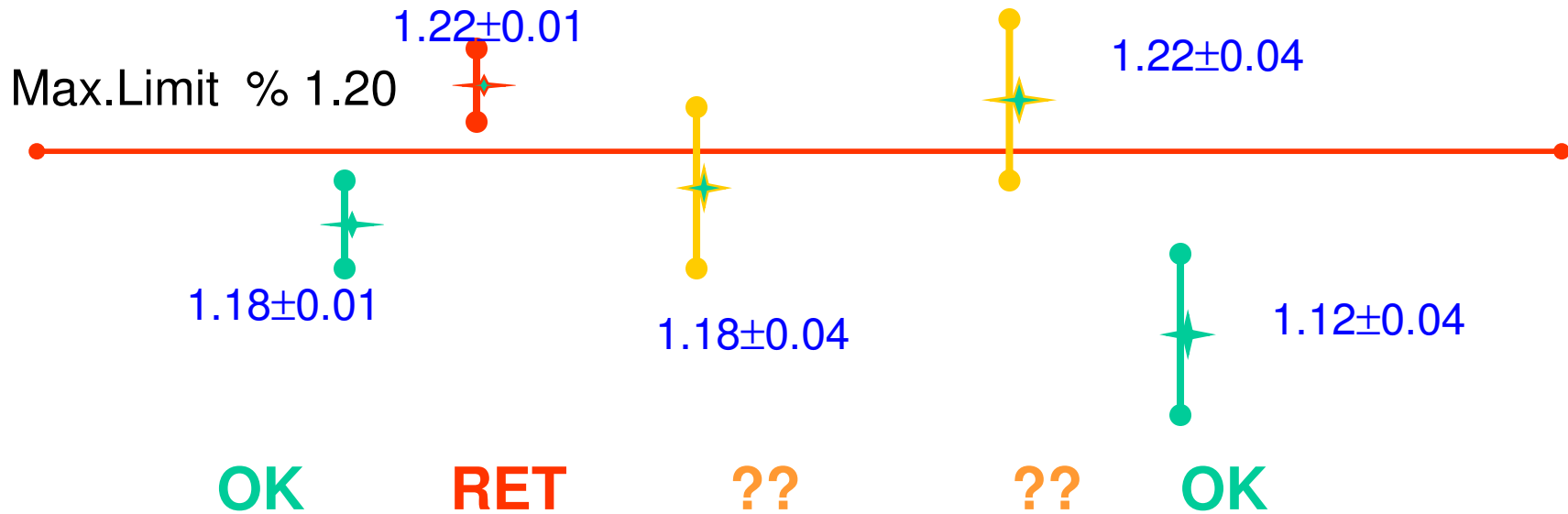
Belirsizlik değeri ne anlam ifade eder ?

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

Belirsizlik sonuçların şüpheli olduğunu mu gösterir?

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

Ölçüm Sonucu/ Doğru Karar Belirsizliğin Önemi



Ölçüm Belirsizliği

Ölçüm belirsizliği ne zaman hesaplanmalıdır ?

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

Ölçüm Belirsizliği

Ölçüm belirsizliği nasıl hesaplanmalıdır ?

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

Ölçüm Belirsizliği

Kim hesaplanmalıdır ?

- ✓ Metot Validasyonu ve Ölçüm belirsizliği konusunda eğitim almış yeterli bilgi ve deneyime sahip personel tarafından hesaplanmalıdır.
- ✓ Ölçüm belirsizliğinin doğru tahmin ve hesaplanması belli bir deneyim ve uzmanlık gerektirir.

Ölçümün prensibini anlamalı ve belirsizlik hesaplamada deneyimli olmalı !!

Duyduğumu unuturum,
Gördüğümü hatırlarım,
Yaptığımı anlarım.

(Çin Atasözü)

Deneyimin önemi !!

İzlenebilirlik: Nedir ?

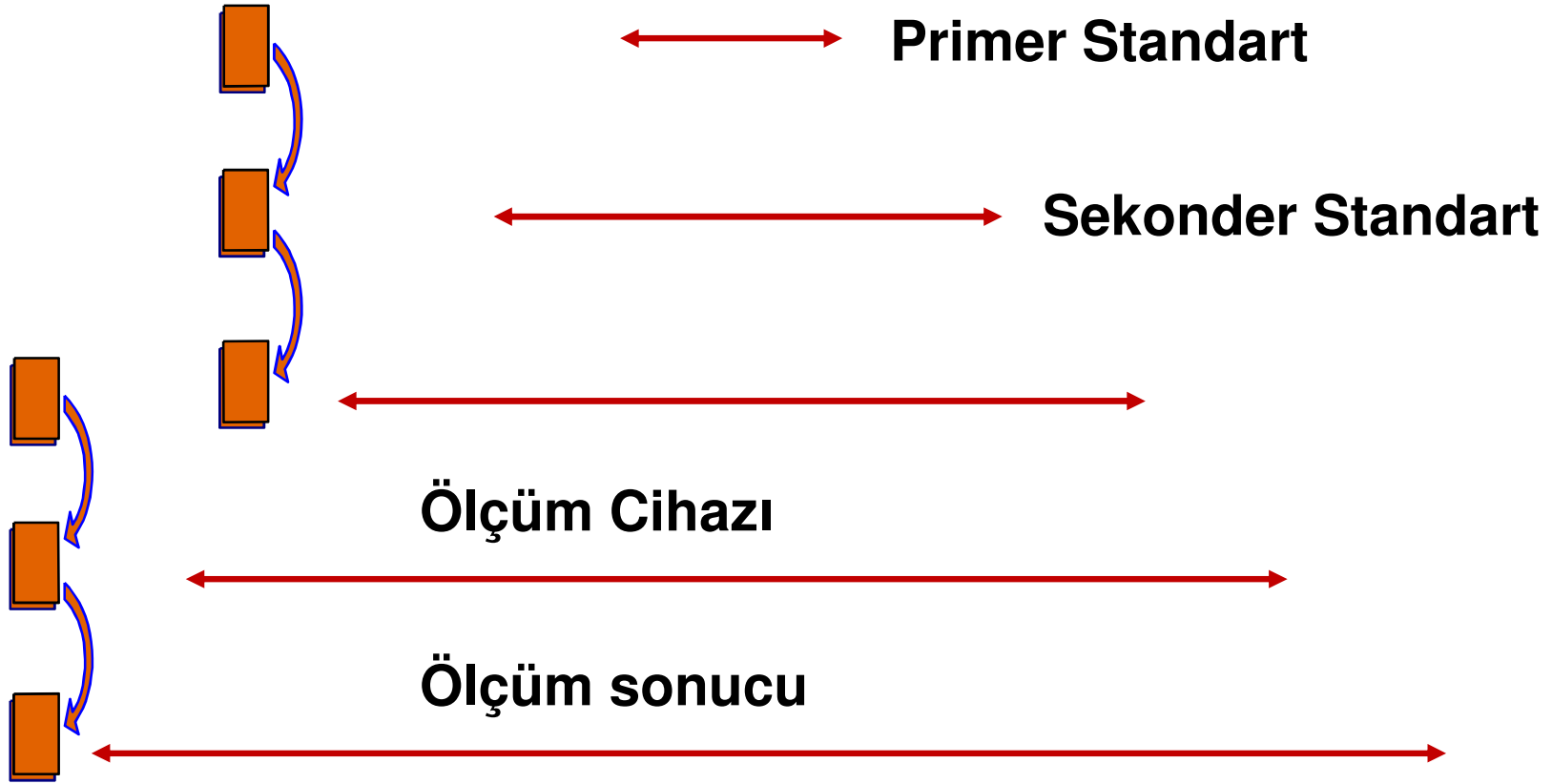
- İzlenebilirlik bir ölçüm sonucunun veya bir *standardın değerinin* belirli referanslarla, genellikle ulusal veya uluslar arası standartlarla, tamamının *ölçüm belirsizliği belirlenmiş* olan *kesintisiz* bir karşılaştırmalı bir ölçüm zinciri ile ilişkilendirilebilmesi özelliğidir.

Neden gereklidir ?

- Farklı yerlerde ve zamanlarda yapılan ölçüm sonuçlarının karşılaştırabilirliği ancak ortak bir referansa karşı izlenebilirlikle sağlanabilir.

Nasıl?

Fiziksel Ölçümler İzlenebilirlik Zinciri



Nasıl?

Kimyasal Ölçümler İzlenebilirlik Zinciri

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

Nasıl ?

Kimyasal Analizlerde İzlenebilirliği Sağlamanın Araçları

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

Referans Madde

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

Referans Maddelerin Kullanım Alanları

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

Sorular ???

Sorular ??

Sorular?