



ISO 17025 Laboratuvar Akreditasyonu Teknik Kriterleri

1 Aralık 2005 -ANKARA

İbrahim AKDAĞ

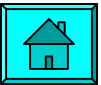
KORE ŞEHİTLERİ CAD. NO. 36 D. 2

ZİNCİRLİKUYU –ŞİŞLİ-İSTANBUL

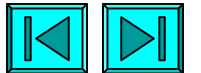
Tel: 0212- 274 15 63-64 Fax: 0212-274 15 66

E-mail : ibrahim@uzmankalite.com.tr

http: // www.uzmankalite.com.tr

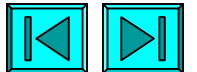
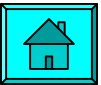


Konusunda 25 yıllık bilgi ve deneyimini sizinle paylaşmak için !



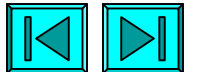
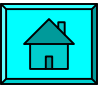
Seminer İeriđi

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



Akreditasyon

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

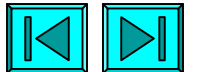
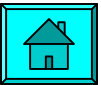


Nedir?

Laboratuvar Akreditasyonu

Akreditasyon:

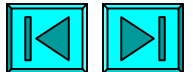
- ✓ Laboratuvarlar için uygulanan kalite sistemidir.
- ✓ Laboratuvarın, **belirli kalibrasyon veya testleri**, laboratuvar tarafından beyan edilen belirsizlik deęerleri dahilinde gerekleřtirmeye yeterli olduęunun, baęımsız bir organizasyon tarafından onaylanmasıdır.
- ✓ Laboratuvarın, akreditasyon kapsamı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



Neden ?

Laboratuvar Akreditasyonu

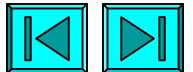
- ✓ Laboratuvar kalite sistemini kanıtlamak için,
- ✓ Üçüncü şahıs taraflar laboratuvarın ürettiği raporlara güven duymasını sağlaması için.
- ✓ Laboratuvarın kendi yaptığı işe güven duymasını sağlaması için.
- ✓ Yasal kurumlar gerekli ve zorunlu kıldığı için



Nasıl ?

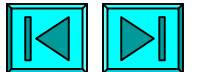
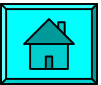
Laboratuvar Akreditasyonu

- ✓ 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)

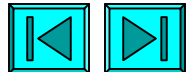
- ✓ **Organizasyon** (Kalite Sistemi için)
- ✓ **Prosesler** (Yapılan işlere ait süreçler tanımlanmalı)
- ✓ **Prosedürler** (yapılan işlerin nasıl yapıldığı yazılı olarak belirlenmeli)
- ✓ **Kaynaklar** (Laboratuvarın yapacağı test ve analizler için yeterli kaynaklara sahip olması gerekir)
 - ✓ Laboratuvar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



ISO 17025 aboratuvar Akreditasyon Standardı

Yönetim Sistemi Kriterler

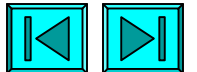
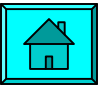
- ✓ 4.1. Organizasyon ve Yönetim
- ✓ 4.2. Kalite Yönetim Sistemi
- ✓ 4.3. Dokümantasyon Kontrolü
- ✓ 4.4. Talep teklif veya sözleşmenin gözden geçirilmesi
- ✓ 4.5. Taşeron Kullanımı
- ✓ 4.6. Satın alma
- ✓ 4.7. Müşteriye hizmet
- ✓ 4.8. Şikayetler
- ✓ 4.9. Uygun olmayan işlerin kontrolü
- ✓ 4.10 İyileştirme (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

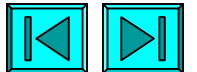
Teknik Kriterler

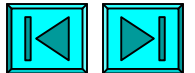
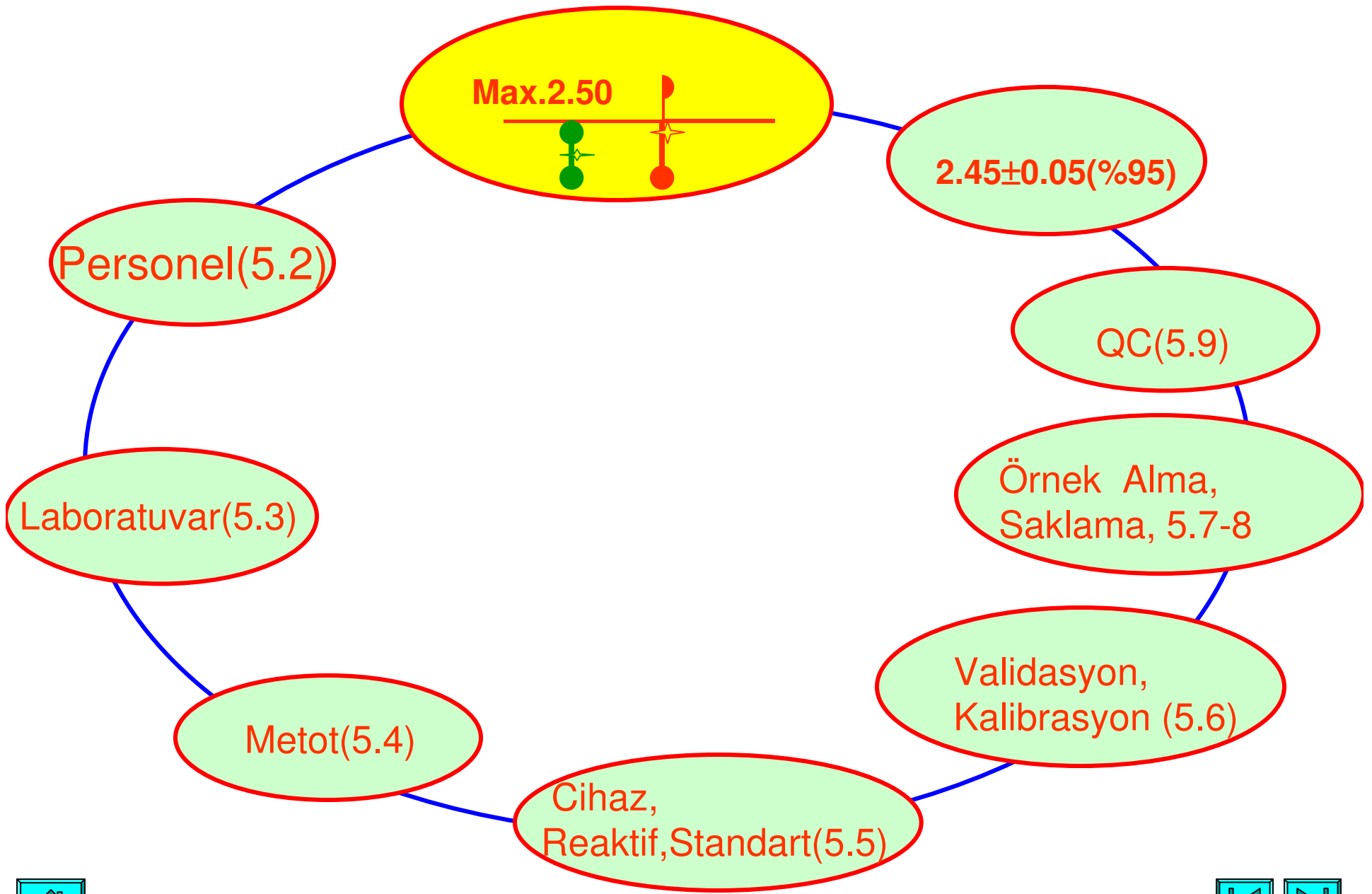
- ✓ 5.1. Genel
- ✓ 5.2. Personel Yeterliliđi
- ✓ 5.3. Yerleşim ve çevre koşulları
- ✓ 5.4. Test ve Analiz Metotları
- ✓ 5.5. Cihazlar
- ✓ 5.6. İzlenebilirlik
- ✓ 5.7. Örnek alma
- ✓ 5.8. Örneklerin taşınması ve saklanması
- ✓ 5.9. Test ve kalibrasyon sonuçlarının kalitesinin temini
- ✓ 5.10. Raporlama



Akreditasyon için 10 Adım

- ✓ Organizasyon ve Personel eğitimi
- ✓ Planlama , maliyet
- ✓ Durum değerlendirilmesi
- ✓ Yapılacakların belirlenmesi
- ✓ Uygulama planının yapılması
- ✓ Politika ve prosedürleri belirle
- ✓ Prosedür , talimat ve formları oluşturma
- ✓ Kalite El Kitabını oluştur
- ✓ İç denetim planla
- ✓ İç denetim gerçekleştir





Kalite Elemanları

Ölçüm Belirsizliği

Yeterlilik Testleri

Referans Maddeler

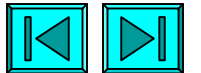
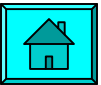
Kalite Kontrol

Metot Validasyonu

İzlenebilirlik

Cihaz Validasyonu

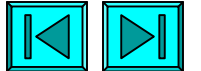
Eleman Eğitimi ve Deneyimi



Duyduğumu unuturum,
Gördüğümü hatırlarım,
Yaptığımı anlarım.

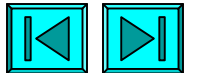
(Çin Atasözü)

Deneyimin önemi !!



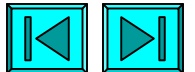
Teknik Kriterler 5.2.Personel Yeterliliđi

- ✓ 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.
- ✓ Laboratuar yönetimi test veya kalibrasyon yapan, sonuçları değerlendiren ve test raporlarını ve kalibrasyon sertifikalarını imzalayan bütün personelin yetkin olmasını sağlar.
- ✓ Eğitim görmekte olan personeli kullanırken, gerekli gözetim sağlanmalıdır.
- ✓ Tüm personelin iş tanımlarını güncel olarak tutmalıdır.



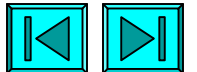
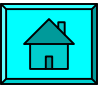
5.3 Yerleşim ve çevre koşulları

- ✓ **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)

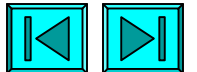
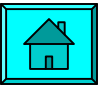


Metot Validasyonu

5N+1K

Metot Validasyonu

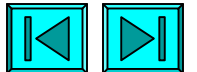
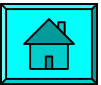
- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Ne zaman yapılmalıdır?
- ✓ Nasıl yapılmalıdır ?
- ✓ Nerede ?
- ✓ Kim ?



Metot Validasyonu

Nedir ?

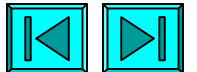
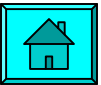
- ✓ Bir ölçüm prosedürünün belirlenen amaçlara uygunluğunun objektif olarak test edilerek yazılı delillerle kanıtlanmasıdır.
- ✓ Bir metodun performansını belirlemek için yapılan test ve ölçme işlemleridir.



Metot Validasyonu

Neden ?

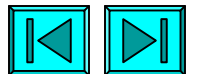
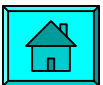
- ✓ Bir metotla yapılan ölçümün sonuçları bir çok faktöre bağlıdır.(Laboratuvar koşulları, cihaz, kullanılan kimyasal madde , standart, operatör deneyimi)
- ✓ Bu nedenle metodun ölçüm sonucuna etki eden parametreleri tek tek ölçülerek ölçüm sonucuna etkileri belirlenmeli ve ölçülmelidir.



Metot Validasyonu

Ne zaman ?

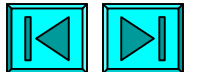
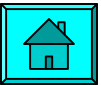
- ✓ Herhangi bir metot bir laboratuarda ilk defa uygulanacağı zaman
- ✓ Bir analiz için yeni metot geliştirildiği zaman
- ✓ Kullanılmakta olan metotta değişiklik yapıldığı zaman
- ✓ Valide edilmiş bir metot başka bir laboratuarda kullanılacağı zaman veya farklı bir kişi veya farklı bir cihazla kullanılacağı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



Nasıl ?

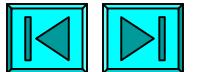
Validasyon Planı

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



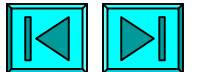
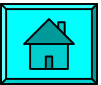
Metot Validasyonu Strateji Planı

- Validasyon protokolü ve validasyon için SOP hazırlanır.
- Metodun uygulama amacı, kapsamı belirlenir
- Metodun performans parametreleri ve kriterleri belirlenir
- Validasyon deneyleri tanımlanır
- Kullanılacak cihazların performansının metot için yeterli olup olmadığı doğrulanır.
- Kullanılacak maddelerin (kimyasal, standartlar) kalitesi belirlenir



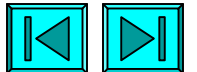
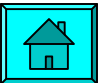
Metodun Uygulama Amacı ve Kapsamı

- ✓ Analiz edilecek bileşenler
- ✓ Hangi matrikste analiz yapılacağı
- ✓ İstenen bilgi tipi, kalitatif, kantitatif analiz
- ✓ Tayin ve ölçüm limiti(LOQ, LOD)
- ✓ Lineer ölçüm aralığı
- ✓ Kesinlik ve doğruluk
- ✓ Kullanılan cihazlar ve ortam koşulları



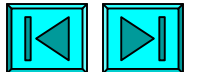
Validasyon Parametrelerinin Belirlenmesi

- ✓ Validasyonu yapılacak metot performans parametreleri metodun uygulama amacına ve kapsamına bađlı olarak belirlenir.
- ✓ Örneđin safsızlık analizi yapılacak bir metotta lineer ölçüm aralıđının belirlenmesine gerek yoktur.
- ✓ Metot validasyonuna başlamadan önce kullanılacak cihazın performansının standartla test edilmesi ve uygunluđunun saptanması gerekir.



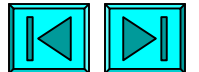
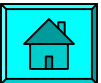
Metot Dokümantasyonu

- ✓ 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 (istatiksel kalite kontrol)



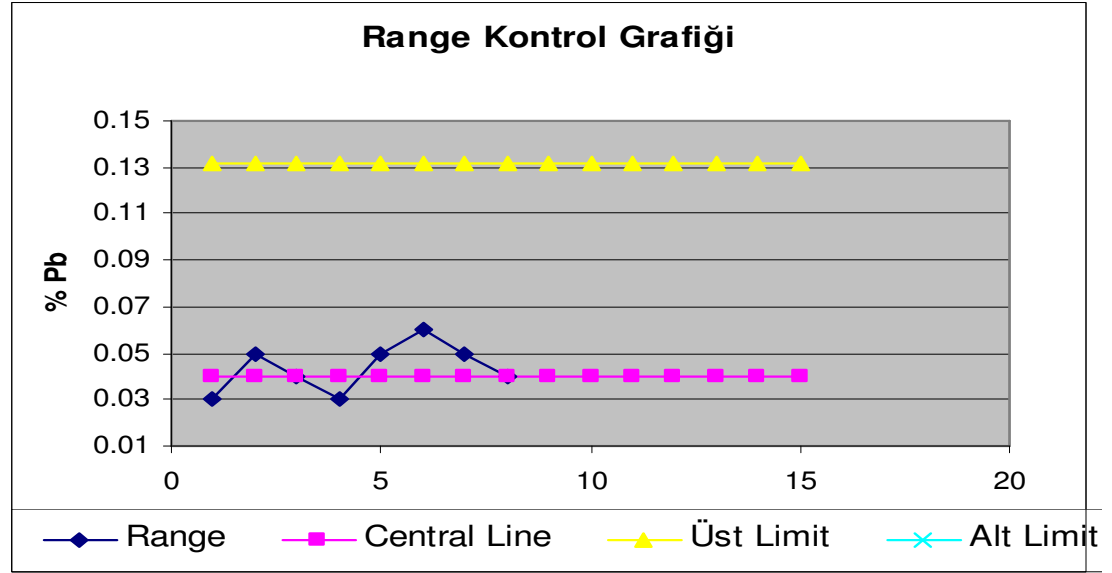
İç Kalite Kontrol

- İç kalite kontrol metodu uygulama aşamalarını kontrol için kullanılan test araçlarıdır.
- **Günlük kontrol:** Bunlar; kör örnek, kalibrasyon standardı, spiker örnek, kör örnek, paralel analiz ve sistem uygunluğu kontrolü
- **Uzun dönem kontrol: (periyodik KK)**
- Kalite kontrol örneği ile yapılan analiz sonuçları “Kalite Kontrol Grafiğine” işaretlenir.
- Kalite Kontrol örneği (QC) olarak yeterince homojen ve kullanım süresince bileşimi değişmeyen analiz örneği ile benzer bileşimde ve yeterli miktarda temin edilmiş bir örnektir.
- Kontrol limiti olarak uyarı limiti $\pm 2s$, önlem limiti olarak $\pm 3s$ kullanılabilir.

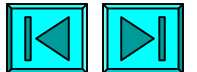
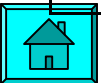
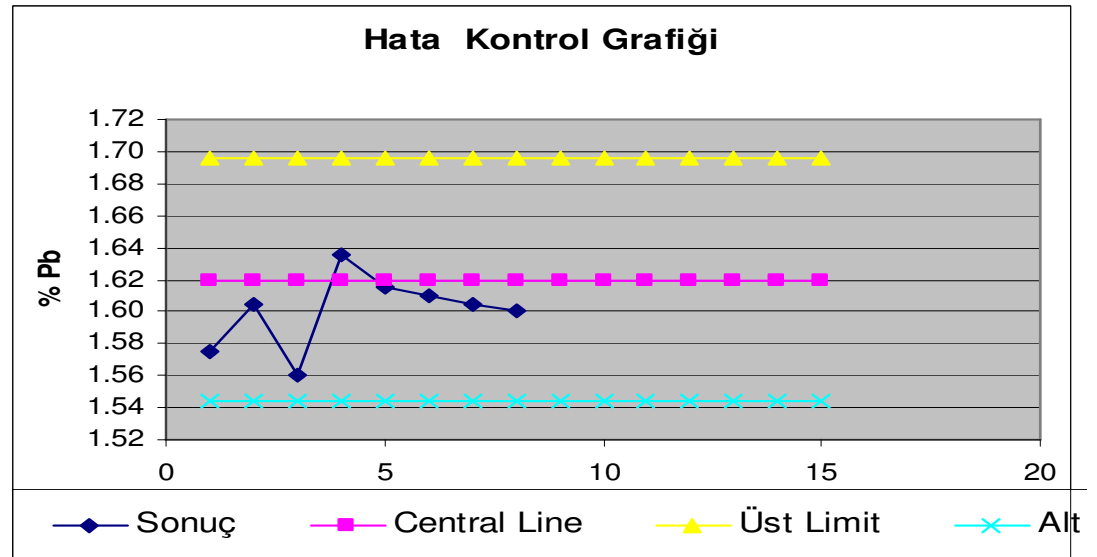


Kalite Kontrol Grafiği

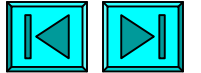
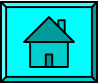
Range Kontrol Grafiği				
No	x1	x2	Range (x1-x2)	Açıklama
1	47.38	47.33	0.046	
2	47.26	47.15	0.113	Uyarı limiti
3	47.27	47.20	0.075	
4	47.37	47.29	0.083	
5	47.29	47.28	0.004	
6	47.25	47.25	0.007	
7	47.24	47.16	0.079	
8	47.24	47.19	0.046	
9	47.38	47.35	0.024	
10	47.33	47.27	0.064	



Test Sonuç	Hata
100.00	0.00
101.00	1.00
99.00	-1.00
101.00	1.00
99.50	-0.50
101.00	1.00
100.00	0.00

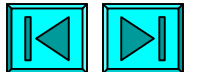
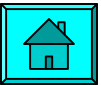


5.5. Cihaz Validasyonu Ve Kalibrasyonu

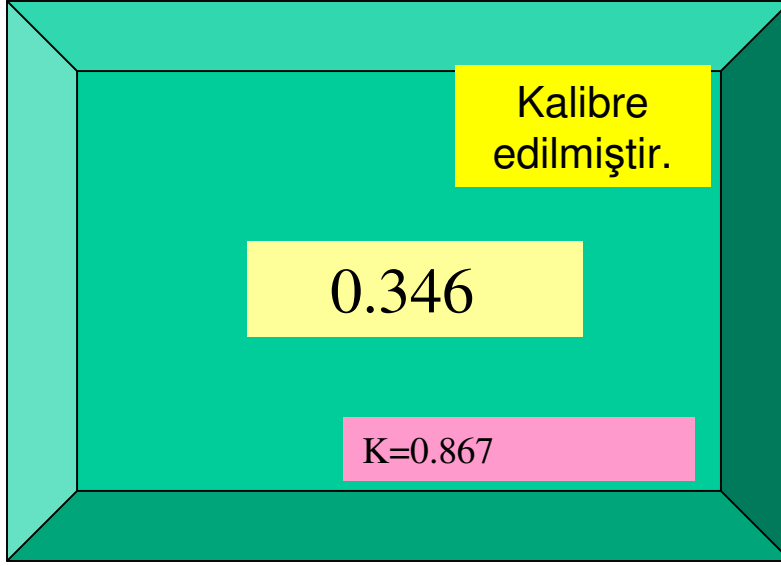


Validasyon /Kualifikasyon

- ✓ *Validasyon* bir cihazın veya sistemin belirlenen spesifik koşulları yerine getirdiğinin test edilerek onaylanmasıdır.
- ✓ *Verifikasyon* bir cihazın veya sistemin belirli koşulları yerine getirdiğinin test edilerek onaylanmasıdır.
- ✓ *Kalifikasyon* ise validasyon sürecinin belli bir bölümünü oluşturan kısmının performansını ölçmek için yapılan testlerdir.
- ✓ *Kalibrasyon*: Belli koşullarda bir ölçüm cihazının gösterdiği değer ile değeri bilinen ölçülen büyüklük arasındaki ilişkiyi belirlemek için yapılan işlemlerdir.



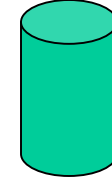
Fiziksel Ölçme



Ölçüm Cihazı

Kalibrasyon= Karşılaştırma

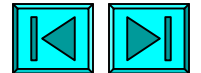
Kalibrasyon= Karşılaştırma



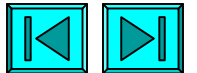
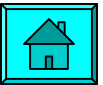
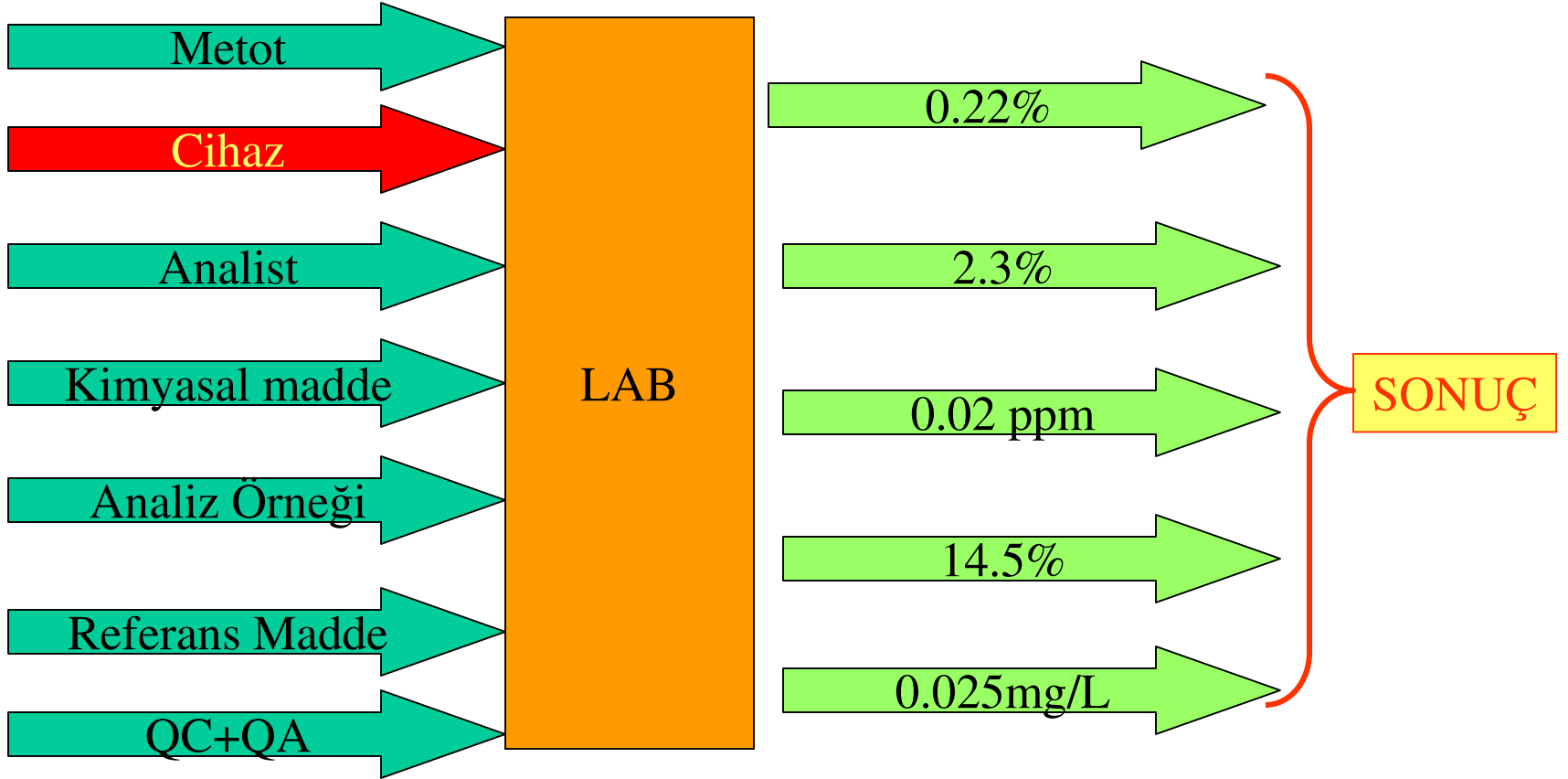
Referans: 0.300

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

$k=0.300/0.346=0.667$



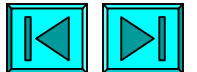
Kimyasal (Analitik) Ölçme-Analiz



Kimyasal analizlerde analitik cihazının işlevi

Analitik Cihazın Performans Özellikleri

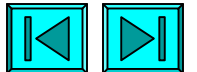
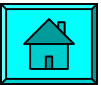
- ✓ Tekrarlanabilirlik
- ✓ Hassasiyet
- ✓ Spesifiklik
- ✓ Lineer Ölçüm Aralığı



Cihaz Validasyonu 5N+1K

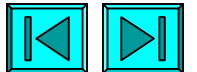
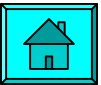
- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Ne zaman yapılmalıdır?
- ✓ Nasıl yapılmalıdır ?
- ✓ Nerede ?
- ✓ Kim ?

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



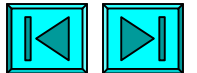
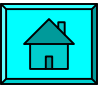
Kalibrasyon ?

- ✓ *Fiziksel ölçümlerde kalibrasyon işlemi açık olarak tanımlanmıştır.*
- ✓ *Kimyasal ölçümlerde kalibrasyon işlemi tam olarak tanımlanamamaktadır. (Kimyasal ölçüm prosedürünün kompleks olması nedeniyle)*
- ✓ *Deneysel prosedürün validasyonu daha çok önemlidir.*
- ✓ *Ölçüm sisteminin kalibrasyonu için saf kimyasal maddelere , deneysel prosedürün validasyonu için sertifikalı matriks referans maddelere gerek vardır.*



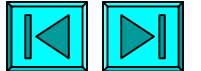
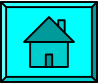
Kalibrasyon ?

- Belirli koşullar altında, bir ölçme cihazı veya ölçme sisteminin gösterdiği değerler veya bir referans malzemenin verdiği değerler ile ölçüm standartları ile gerçekleştirilen bunlara karşılık gelen değerler arasındaki ilişkiyi kuran işlemler dizisi.
- 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 Spektrofotometre Dalga Boyu Kalibrasyonu

Cihaz	UV Spectrophotometer			
Cihaz seri No	52413			
Kalibrasyon tarihi	12.12.2001			
Sıcaklık	24			
Kalibrasyonu Yapan				
Band Geniřliđi	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



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

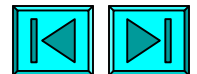
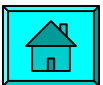
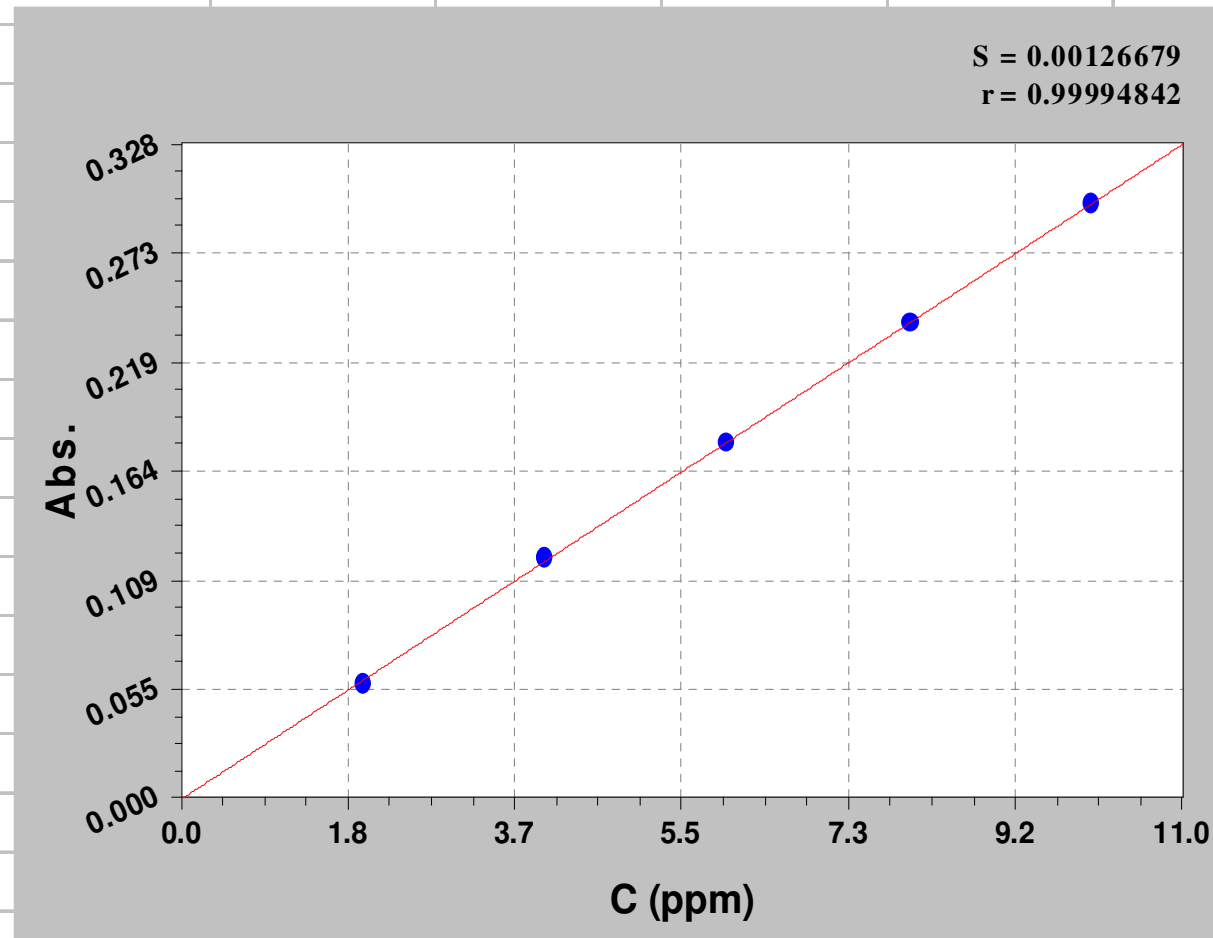
Örnek	0.162
Cör(ppm)	5.4

Linear Fit: $y=a+bx$

Coefficient Data:

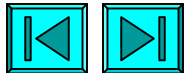
a = -0.00024

b = 0.029814

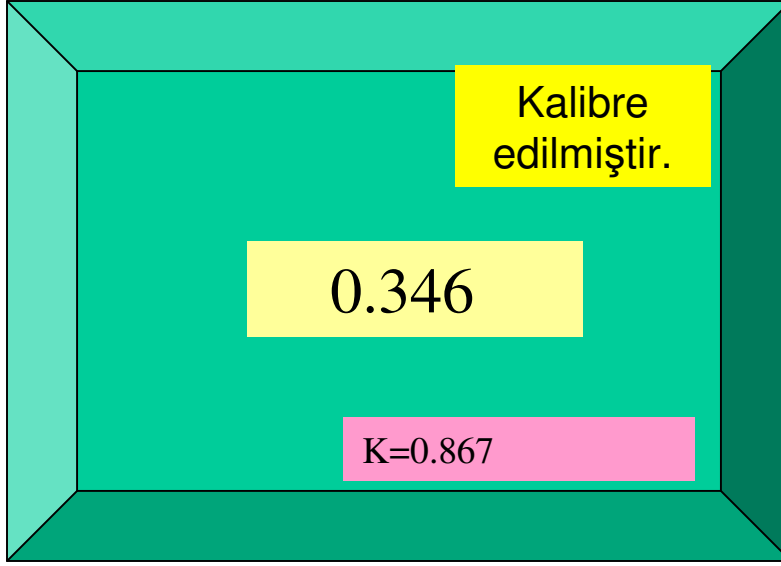


Kalibrasyon

- ✓ *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 ???



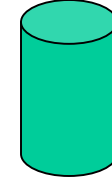
Fiziksel Ölçme ve Kalibrasyon



Ölçüm Cihazı

Kalibrasyon= Karşılaştırma

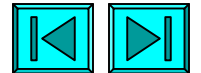
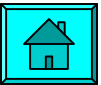
Kalibrasyon= Karşılaştırma



Referans: 0.300

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

$k=0.300/0.346=0.667$



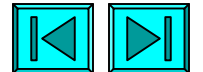
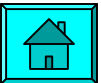
Kalibrasyon Sertifikası Bilgileri

CO Referans (ppm)	Ölçülen Değer (ppm)	Hata
56.3	54	2,3
509	604	95

KALİBRASYON BELİRSİZLİĞİ

CO için 54 PPP için ± 1.2 PPP dır. 604 ppm için : ± 10 ppm

Kalibrasyon sonuçları sadece XXXX kodlu ve ABCD - 0023 seri numaralı cihaza aittir. Cihazın performansı için gerekli çevre şartlarında kullanımından ve **kalibrasyon periyodunun takibinden kullanıcı sorumludur.**



Kalibrasyon Sertifikası

Bilgileri

Gaz Ölçüm Cihazı

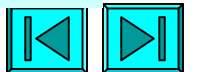
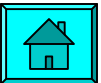
HCl (150.4 ± 7.5) ppm mol	Ölçülen Değer (ppm mol)	Faktör
150,4	149,3	1,007368
CO2(%20.05 ±0.04) mol		
20,5	20,39	1,005395

KALİBRASYON BELİRSİZLİĞİ

HCl için : $k = k_{\text{eski}} * (1.008) \pm 0.058$

CO₂ için : $k = k_{\text{eski}} * (1.005) \pm 0.012$

Kalibrasyon sonuçları sadece XXX-004 kodlu ve 672 seri numaralı cihaza aittir. Cihazın performansı için gerekli çevre şartlarında kullanımından ve **kalibrasyon periyodunun takibinden kullanıcı sorumludur.**



Kalibrasyon Sertifikası Bilgileri

KALİBRASYON SONUÇLARI İletkenlik Ölçer Cihazı

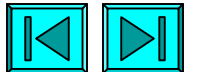
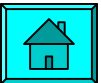
Standardın İletkenliği (25 °C) : 19.995 mS/cm

Cihazın Gösterdiği değer (10 ölçüm ortalaması) : 19.250 mS/cm

KALİBRASYON BELİRSİZLİĞİ

Kalibrasyon belirsizliği %3.08 olarak hesaplanmıştır.

Kalibrasyon sonuçları sadece XXXXXXXXXX seri numaralı cihaza aittir. Cihazın performansı için gerekli çevre şartlarında kullanımından ve **kalibrasyon periyodunun takibinden kullanıcı sorumludur.**



Kalibrasyon Sertifikası Bilgileri

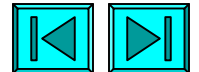
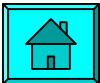
Dijital Büret Kalibrasyonu

Büret Gösterge Değeri (ml)	Referans Değer	Sapma
10	9.5	0.5
20	19.4	0.6
50	49.3	0.7
Belirsizlik(k=2 için) ml	0.05	

Tolarans +/-
0.05

Pipet Kalibrasyonu

Pipet (ml)	Referans Değer	Sapma	Belirsizlik(k=2)	Tolarans +/-
1	0.98	0.02	0.02	0.01
5	4.95	0.05	0.02	0.02
10	9.94	0.06	0.03	0.05
25	24.85	0.15	0.04	0.1



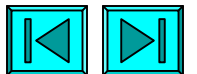
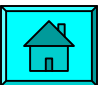
PQ: Performans Kualifikasiyon FAAS (hava -Asetilen)

- ✓ Cu elementi ile yapilir
 - ✓ Alev atomizasyon performans testi
 - ✓ Analitik hassasiyet testi
 - ✓ Analitik kesinlik testi

Spesifikasiyon: 5 ppm Cu için

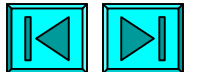
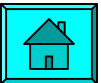
-Sensitivity (Abs) >0.750

-Precision (%) <0.5 olmalıdır.



AAS Alev sistem performansı

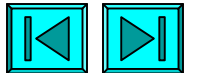
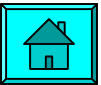
Ölçüm	Cu(5 ppm)
1	0.760
2	0.765
3	0.758
4	0.760
5	0.758
6	0.762
7	0.765
8	0.762
9	0.763
10	0.764
Ortalama	0.762
%RSD	0.34
Spesifikasyon	
Absorbans	>0.750
%RSD	<0.50



Duyduğumu unuturum,
Gördüğümü hatırlarım,
Yaptığımı anlarım.

(Çin Atasözü)

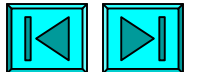
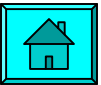
Deneyimin önemi !!



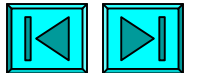
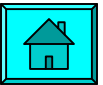
Kalibrasyon Periyodu

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.*



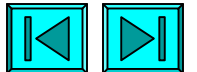
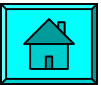
Ölçüm Belirsizliđi



Ölçüm Belirsizliği 5N+1K

Ölçüm Belirsizliği (Ölçüm Kalitesi)

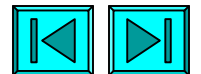
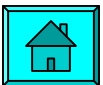
- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Ne zaman hesaplanmalıdır?
- ✓ Nasıl hesaplanır ?
- ✓ Nerede ?
- ✓ Kim ?



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 ?

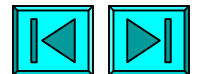
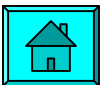
- ✓ Ölçüm sonucuna göre karar oluştururken önemlidir.
- ✓ Ölçüm sonuçlarını karşılaştırırken önemlidir.
- ✓ Limitlere uygunluğa karar verirken önemlidir.

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.



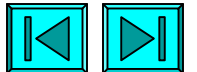
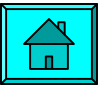
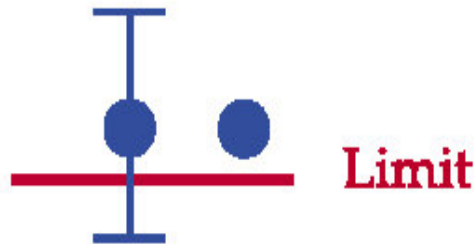
Ölçüm Sonucu/ Kabul Limiti



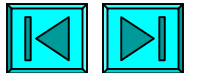
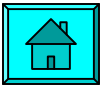
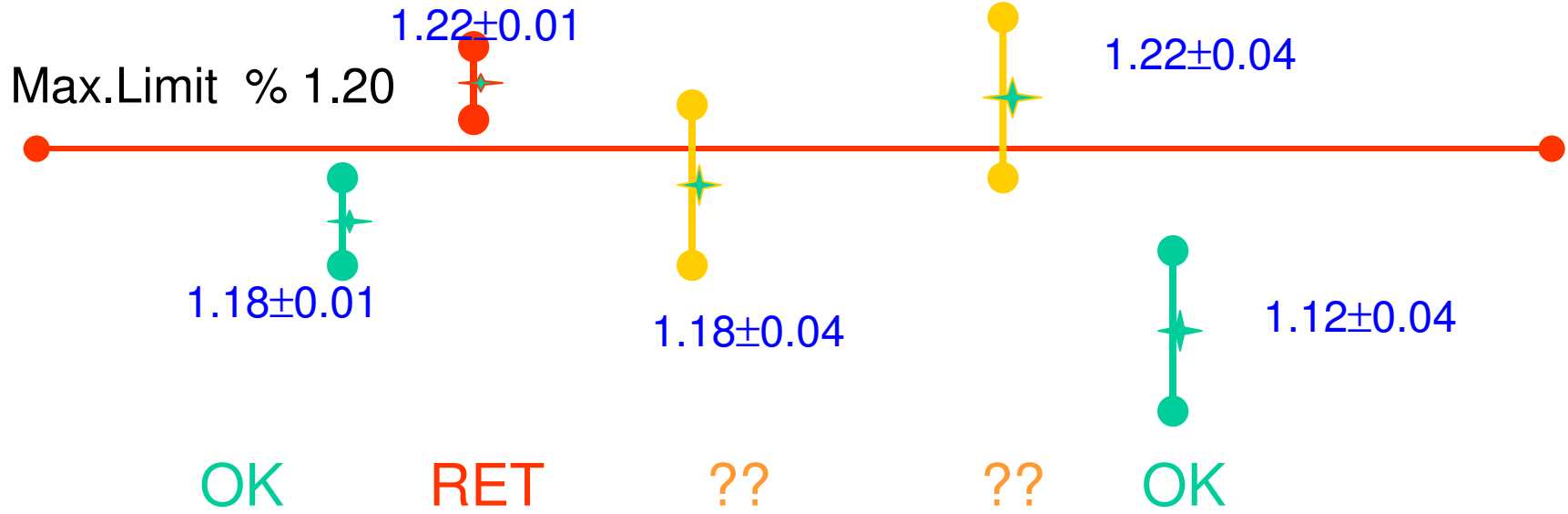
Ürün spesifikasyonu A safsızlık max. % 1.20

Üretici: Ürün safsızlık analiz sonucu = % 1.18

Alıcı: Ürün safsızlık analiz sonucu = % 1.22



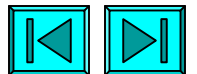
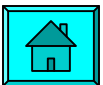
Ölçüm Sonucu/ Doğru Karar



Ölçüm Belirsizliği

Ölçüm belirsizliği ne zaman hesaplanmalıdır ?

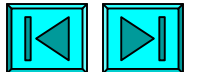
- ✓ Analiz metodu ilk defa uygulanacağı zaman metot validasyonu yapıldıktan sonra ölçüm belirsizliği hesaplanmalıdır.
- ✓ Hesaplanan ölçüm belirsizliği analiz sonucunun kullanım amacına uygunsa bu metot rutin olarak analiz amacıyla kullanılmalıdır.
- ✓ Hesaplanan belirsizlik amaca uygun değilse (karar 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 kaynaklarınının doğru olarak belirlenmesi ve değerlendirmesi belli bir deneyim gerektirmektedir.

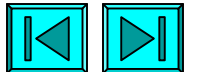


Ölçüm Belirsizliđi

Kim hesaplanmalıdır ?

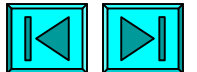
- ✓ Metot Validasyonu ve Ölçüm belirsizliđi konusunda eğitim almış yeterli bilgi ve deneyime sahip personel tarafından hesaplanmalıdır.
- ✓ Ölçüm belirsizliđinin doğru tahmin ve hesaplanması belli bir deneyim ve uzmanlık gerektirir.

Ölçümün prensibini anlamalı ve belirsizlik hesaplamada deneyimli olmalı !!



Kimyasal Analizlerde Belirsizlik Kaynakları

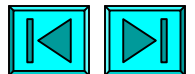
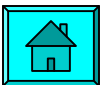
- ✓ Örnek alımından
- ✓ Örnek hazırlamadan
- ✓ Ölçüm sisteminden
- ✓ Kalibrasyon işleminden
- ✓ Kullanılan kimyasal maddelerin saflığından
- ✓ Ölçüm koşullarından
- ✓ Analiz yapan operatörden kaynaklanabilir.
- ✓ Rast gele hatalar



Belirsizlik Kaynakları

- ✓ Ölçüm cihazından kaynaklanan belirsizlik (U_1)
- ✓ Ölçüm metodundan kaynaklanan belirsizlik (U_2)
- ✓ Örnek alma ve hazırlamadan kaynaklanan belirsizlik (U_3)

$$U_3 \gg U_2 > U_1$$



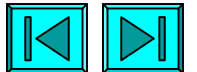
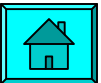
Kimyasal Analiz Belirsizlik Kaynakları



Gravimetrik Sülfat Tayini Belirsizlik Bütçesi

Hesaplama Formülü $SO_3(\%) = \frac{0.343xm \times 100}{m_1}$

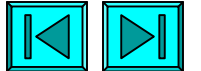
Parametre	Değer(X)	u(x)	u(x)/X
Örnek Tartım m_1 (g)	1	0.03000	0.03000
Örnek Hacmi(ml)	100	0.068000	0.00068
Örnek Hacmi(ml)	250	0.151	0.00060
Su banyosu (°C)	20	0.15	0.00167
BaCl ₂ (12H ₂ O) (g)	120	0.108	0.00090
Fırın (°C)	900	10	0.01111
Geri Kazanım	1	0.16	0.16000
Tekrarlanabilirlik	1	0.014	0.01400
Birleşik Rölatif Belirsizlik			0.16
Ölçüm Sonucu %	3.1		
Birleşik Belirsizlik u(c)		0.51	
Genişletilmiş Belirsizlik (k=2)		1.02	
Relatif U(x), %		32.76	



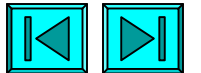
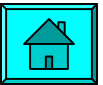
Duyduğumu unuturum,
Gördüğümü hatırlarım,
Yaptığımı anlarım.

(Çin Atasözü)

Deneyimin önemi !!

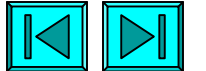
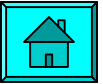


5.6.İzlenebilirlik



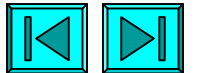
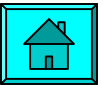
İzlenebilirlik 4N

- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Nasıl sağlanır ?
- ✓ Neler gerekir?



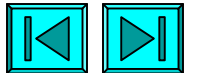
Nedir ?

- 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.



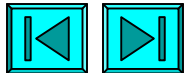
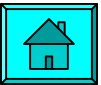
Neden gereklidir ?

- Farklı yerlerde ve zamanlarda yapılan ölçüm sonuçlarının kalitesini (güvenilirliğini) karşılaştırabilmek için ölçüm sonuçları ortak bir referansa karşı izlenebilir olmalıdır.



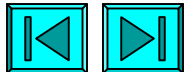
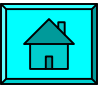
Ölçüm Sonuçları/Karşılaştırılabilirlik

- Herhangi bir ülkede yapılan bir ölçüm sonucunun diğer bir ülkede *tekrarına* gerek kalmadan *güvenilir* olarak kabul edilmesi gerekmektedir.
- Bu amacı gerçekleştirmek için kimyasal ölçümlerin *karşılaştırılabilir* olması zorunludur.
- *Karşılaştırılabilir* ölçüm sonucu ancak yapılan ölçümün ortak bir referansa karşı *izlenebilir* olması ile mümkündür.
- İzlenebilirlik ölçüm sonuçlarının *karşılaştırılabilir* olmasını sağlamak için gerekli bir *araçtır*.



İzlenebilir Ölçüm Sonucunun Önemi

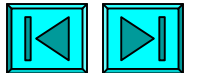
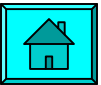
- Her ölçüm sonucu bir belirsizlik değeri ile verildiğinde, ölçüm sonucunun alt ve üst değerleri belli bir güvenilirlik aralığında ifade edilir.
- Burada belirsizliğin küçük olmasından çok, doğru olarak tahmin edilmesi ve hesaplanması daha önemlidir.
- Belirsizlik değeri amaca bağlı olarak belirlenmelidir



İzlenebilirliğin Elemanları

Tam ve kesintisiz karşılaştırma

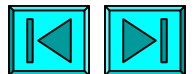
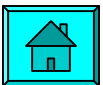
- Karşılaştırma her ölçme işleminde yapılan bir işlemdir.
- Karşılaştırma ölçme işleminin amacına ve niteliğine bağlı olarak değişik sıklıkta yapılabilir.
- Analitik kalibrasyonda her ölçümden önce ve ölçme sırasında periyodik olarak, bir terazinin kalibrasyonunda daha uzun aralıklarla, veya bir metot validasyonu yaparken karşılaştırma yapılır.



İzlenebilirliğin Elemanları

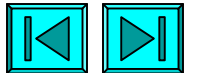
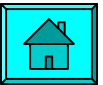
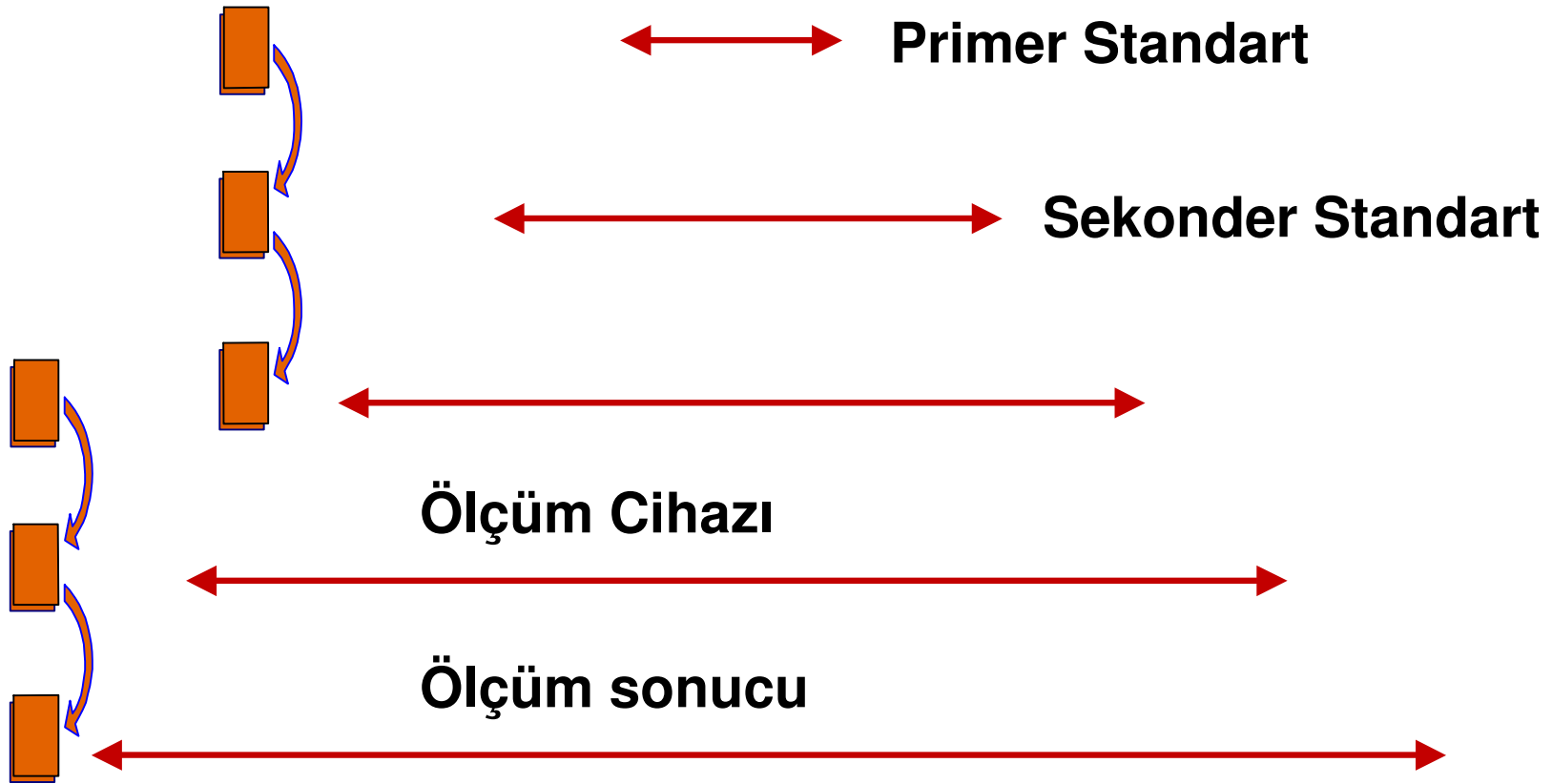
Tam ve kesintisiz karşılaştırma

- Kimyasal ölçümlerde genellikle iki ayrı karşılaştırma zinciri bulunmaktadır.
 - Birincisi standardın ölçümü ve kalibrasyon grafiğinin oluşturulması(Saf RM madde kullanılarak)
 - İkincisi örneğin ölçümü ve kalibrasyon grafiğinden değerinin belirlenmesi
- Kimyasal ölçümlerde yaygın olarak kullanılan tekniklerde (GC, HPLC,MS,AAS,ICP)yukarıdaki prosedür uygulanmaktadır
- Bu tip metotlar oran metodu veya rölatif metot olarak tanımlanır.



Nasıl?

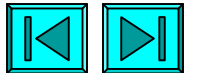
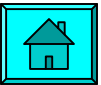
Fiziksel Ölçümler İzlenebilirlik Zinciri



Nasıl?

Kimyasal Ölçümler İzlenebilirlik Zinciri

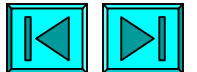
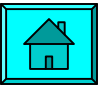
- Kimyasal ölçümle madde miktarı belirlenirken maddenin değişik özellikleri ölçülerek madde miktarı belirlenir.
- Bu ölçümler, kütle, hacim, sıcaklık, maddeyi tanımlama (identification), referansla karşılaştırma (kalibrasyon yani madde miktarı -sinyal bağıntısı) ölçümleri yapılmaktadır.
- Madde miktarını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



Nasıl?

Kimyasal Ölçümler İzlenebilirlik Zinciri

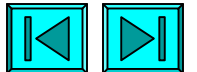
- Analitik ölçümlerde çoğunlukla kullanılan referansın toplam belirsizliğe katkısı ölçüm prosedürünü uygulamadan gelen belirsizliğin yanında daha küçüktür.
- Bu nedenle analitik ölçümlerde(kimyasal ölçümlerde) ölçüm prosedürünün belirsizliğini belirlemek büyük önem taşır.
- Ölçüm prosedürünün-metodunun validasyonu ile ölçüm metodunun belirsizliğinin hesaplanması için gerekli verilerin bir çoğu belirlenebilir.
- Bu nedenle analitik ölçümlerde kullanılan metodun validasyonu büyük önem taşır.



Nasıl?

Kimyasal Ölçümler İzlenebilirlik Zinciri

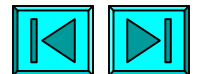
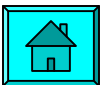
- Kimyasal ölçüm laboratuvarları izlenebilir ölçüm gerçekleştirebilmeleri için öncelikle kullandıkları ölçüm prosedürü-ölçüm metodunu kullanma performanslarını belirlemeleri gerekir.
- Bu ise kullandıkları metodun laboratuvarda validasyonu ile mümkündür.
- Metot validasyonu izlenebilir referanslar kullanılarak yapılmışsa validasyon verilerinden belirsizliğin hesaplanması için gerekli veriler elde edilebilir.



Nasıl ?

Kimyasal Analizlerde İzlenebilirliği Sağlamanın Araçları

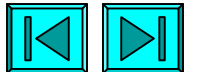
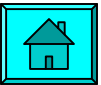
- Ölçüm yapan laboratuvar genellikle izlenebilirlik zincirinin uç noktasında ölçüm yapmaktadır.
- Bu nedenle ölçüm için kullandığı tüm referansların izlenebilir olmasını ve belirsizlik değerlerini bilmesi gerekmektedir.
- Bunun yanında ölçüm prosedürünü uygulamadan gelen belirsizliği de doğru olarak 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.



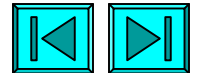
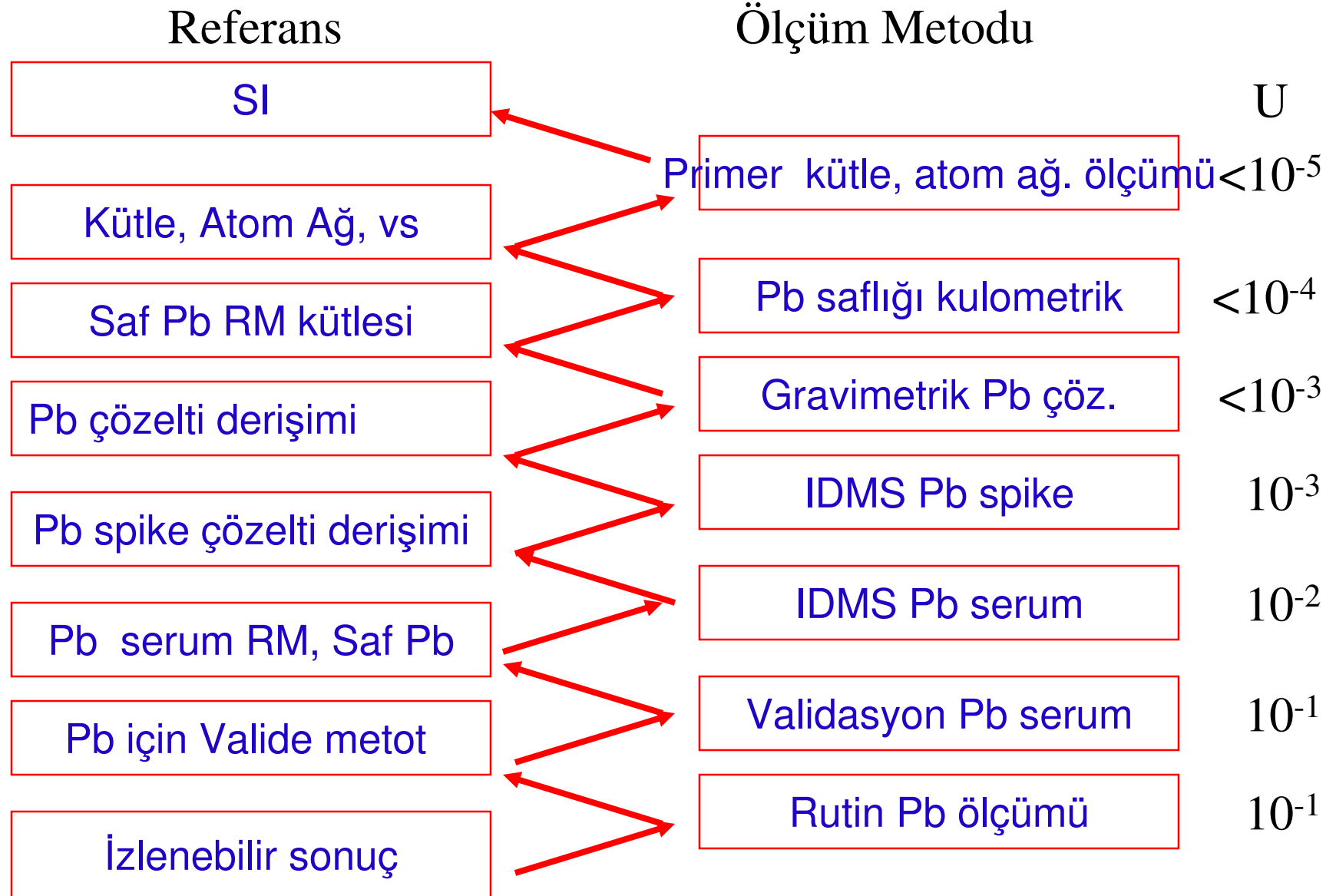
Nasıl?

Kimyasal Ölçümler İzlenebilirliğin Sağlanması

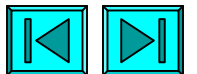
1. Primer ölçüm metodu kullanarak
2. Saf standartlarla ölçüm sistemini kalibrasyonunu yaparak
3. Sertifikalı referans madde kullanarak ölçüm yaparak
4. Belirlenmiş ve kabul edilmiş bir ölçüm yöntemi uygulayarak



Pb RM İzlenebilirlik Zinciri

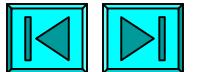


Referans Maddeler



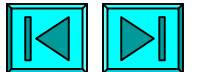
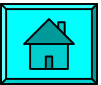
Referans Madde

- *Referans madde*: Özelliđi 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 metod geliştirme ve metod validasyonu amacıyla kullanılır

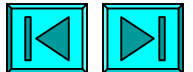


Referans Maddeler

- Referans madde bir ölçüm yapılırken karşılaştırmada referans olarak alınan maddelerdir.

Referans maddeler:

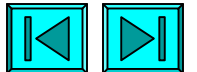
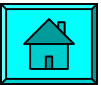
- Analitik kalibrasyon amacıyla
- Metot Validasyonu amacıyla
- Ölçüm cihazlarının performansını ölçmek amacıyla
- Laboratuvarlar arası karşılaştırmalarda
- Metot geliştirmek amacıyla kullanılmaktadır
- Ölçüm izlenebilirliğinin sağlanmasında
- Yeterlilik Test Çalışmalarında



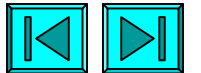
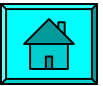
Referans Maddeler Sınıflandırma

Referans maddeler özelliklerine göre aşağıdaki gibi sınıflandırılabilirler

- Primer Referans Maddeler(PRM)
- Sertifikalı Referans Maddeler (CRM)
- Çalışma Referans Maddeler (WRM)
 - Matriks Referans Maddeler
 - Saf Referans Maddeler



Yeterlilik Testleri



Nedir ?

Yeterlilik Testi (Proficiency test)

- Yeterlilik testi bir laboratuvarlar arası karşılaştırma testidir.
- Yeterlilik testi laboratuvarların belli bir testi yapma performansını değerlendirir.
- Yeterlilik testi laboratuvarın performansını laboratuvarlar arası test karşılaştırmaları ile ölçen bir dış denetim testidir.
- Performans ölçümü Z-skoru olarak bilinen hesaplama ile ölçülür.

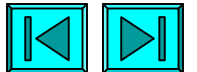
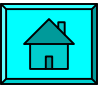
$$Z = \frac{(x_i - x_{Ref})}{\sigma}$$

Z Z skoru

x_i Katılımcı laboratuvar sonucu

x_{Ref} Test maddesinin referans değeri

σ Hedef standart sapma



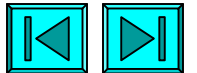
Neden?

Yeterlilik Testlerine Neden Gereksinim Duyuluyor?

- Analitik test ve ölçümlerin sonucunun güvenilir ve karşılaştırılabilir olması temel bir gereksinimdir.
- Aynı analizi yapan laboratuvarların analiz sonuçları arasında önemli farklar olmaktadır.
- Değişik laboratuvarların analiz performansı birbirinden büyük oranda farklılık gösterebilmektedir.

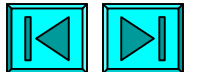
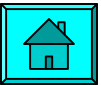
Bunun Başlıca Nedeni:

- Kimyasal ölçümlerin sonucunu etkileyen faktörlerin çokluğu
- Güvenilir ölçüm yapmak için kullanılan araçların çokluğu
- Laboratuvarların bu araçları kullanma performansının büyük farklılık göstermesi



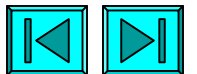
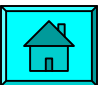
Yeterlilik Testleri Amaçları

- Laboratuvar kalite sisteminin değerlendirilmesi amacıyla
- Farklı laboratuvarların kalitelerini karşılaştırma olanağı amacıyla
- Test ve analiz metotlarının performansının değerlendirilmesini amacıyla
- Laboratuvarların ölçüm performanslarını geliştirmeye teşvik etmek
- Analitik kalite kontrol araçlarının kullanımını teşvik etmek (diğer araçlar IQC, referans madde)
- Laboratuvarların kendilerini değerlendirmelerini sağlamak ve eksikliklerini giderme fırsatı sağlamak



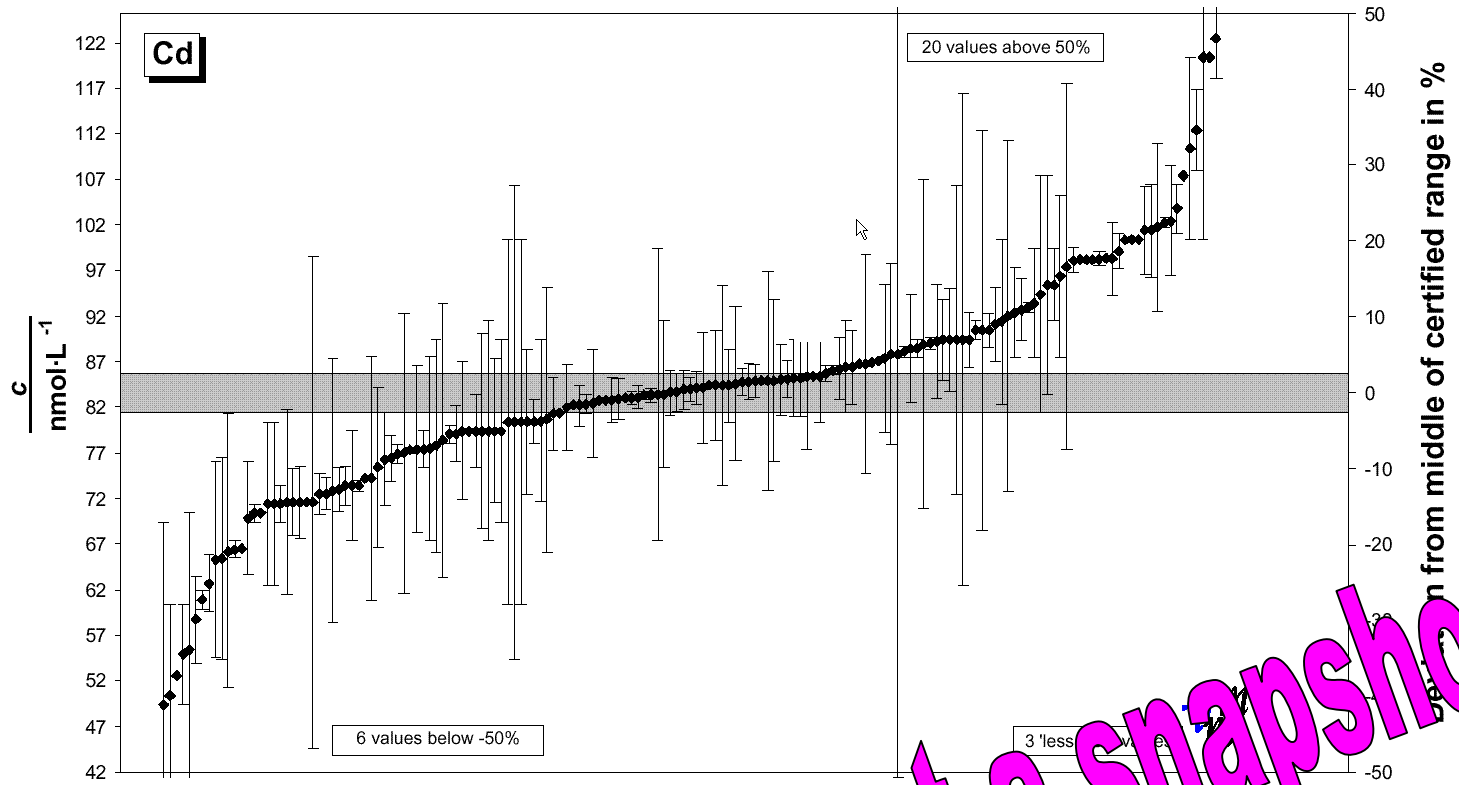
Yeterlilik Testlerinin Yararları

- Laboratuvar kendi performansını deęerlendirir
- Kendi performansını gemiřteki performansı ile karřılařtırma olanaęı saęlar
- Laboratuvarların performanslarını bařka laboratuvarlarla karřılařtırma olanaęı saęlar
- Laboratuvarın performans aısından eksikliklerini grme fırsatı saęlar
- Laboratuvarın eksikliklerini belirleme ve giderme olanaęı saęlar
- Laboratuvarın mřterilere karřı gven vermesini saęlar



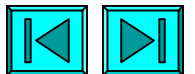
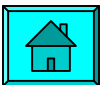
IMEP- 9 : Trace elements in Water

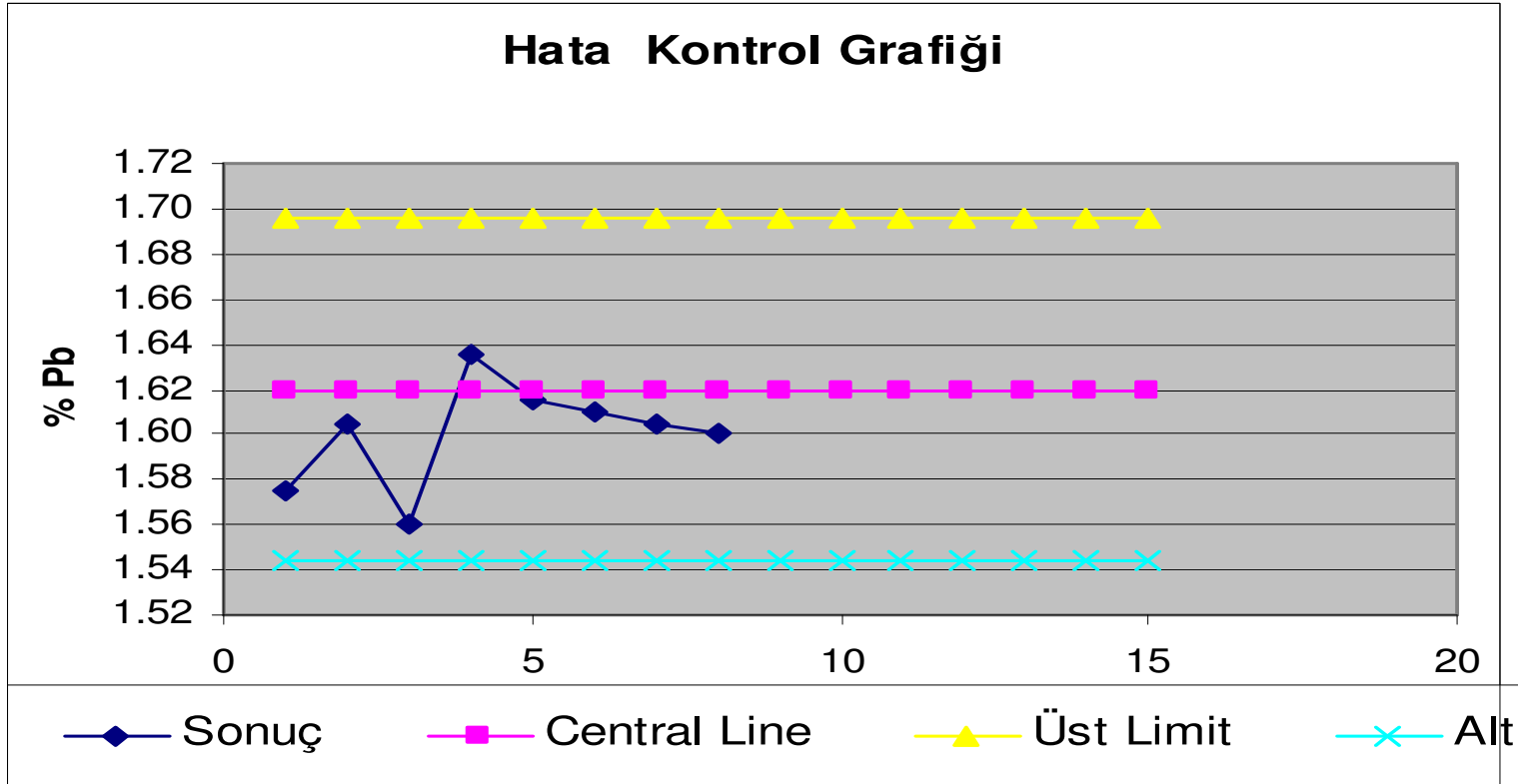
Certified range ($\pm U=2u_c$): 81.0 - 85.4 $\text{nmol}\cdot\text{L}^{-1}$



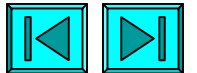
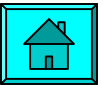
Results from all partitions.

just a snapshot



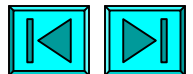
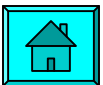


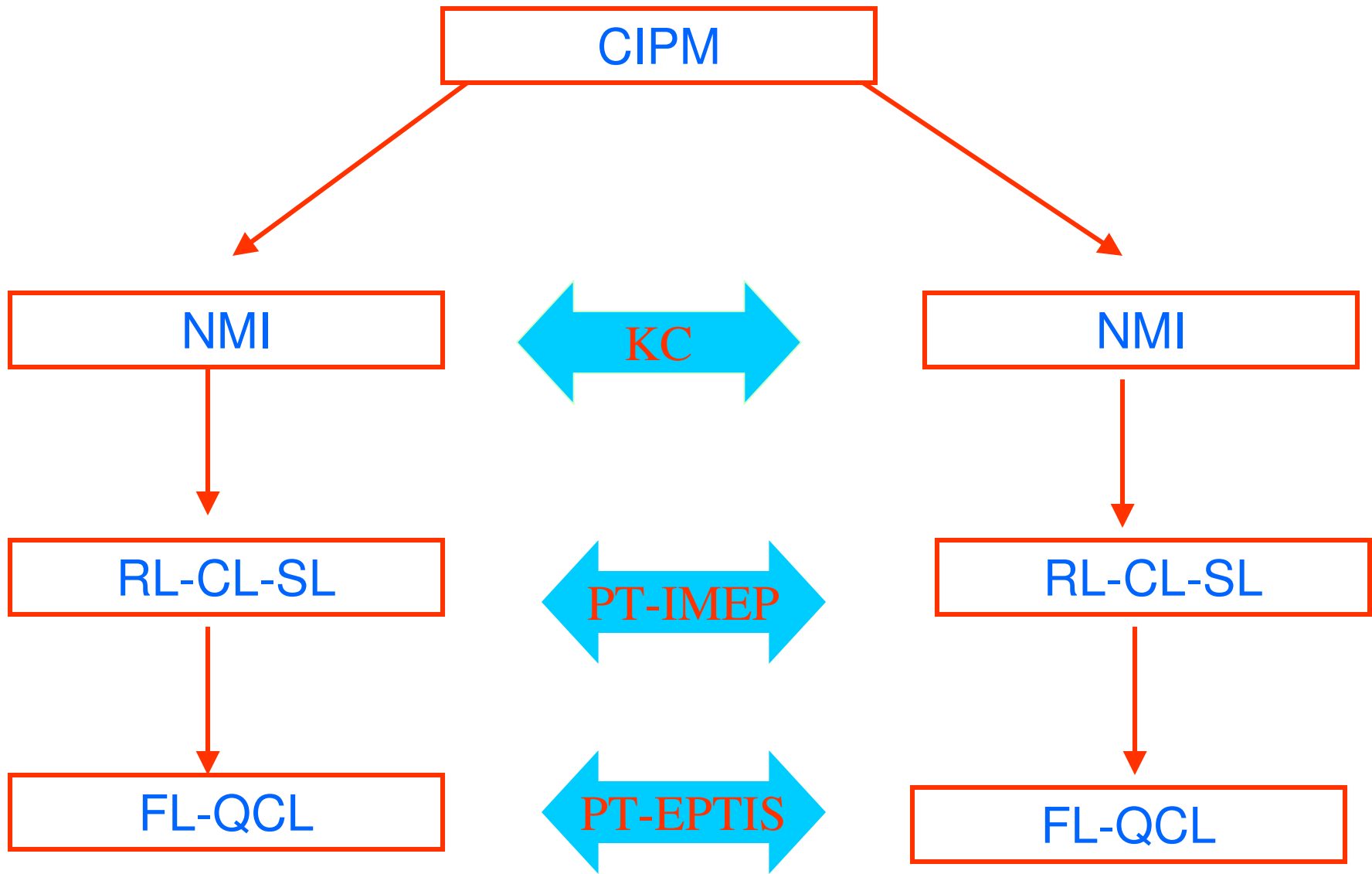
Sürekli Kontrol daha gerçekçi



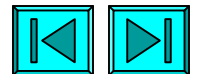
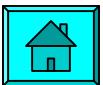
Karşılaştırma Testleri

- CCQM Interlaboratory Comparison(Key comparison) BIPM tarafından organize edilir
- IMEP (International Measurement Evaluation Program) IRMM tarafından organize edilir.
- Yeterlilik Testleri (*Proficiency test*)
- Round-Robin test daha dar kapsamlı karşılaştırma testi
- EQA karşılaştırma programı, klinik laboratuvarlar için





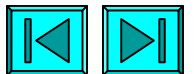
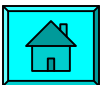
CL: Kalibrasyon Lab SL:sekonder lab. FL:Field Lab



EPTİS

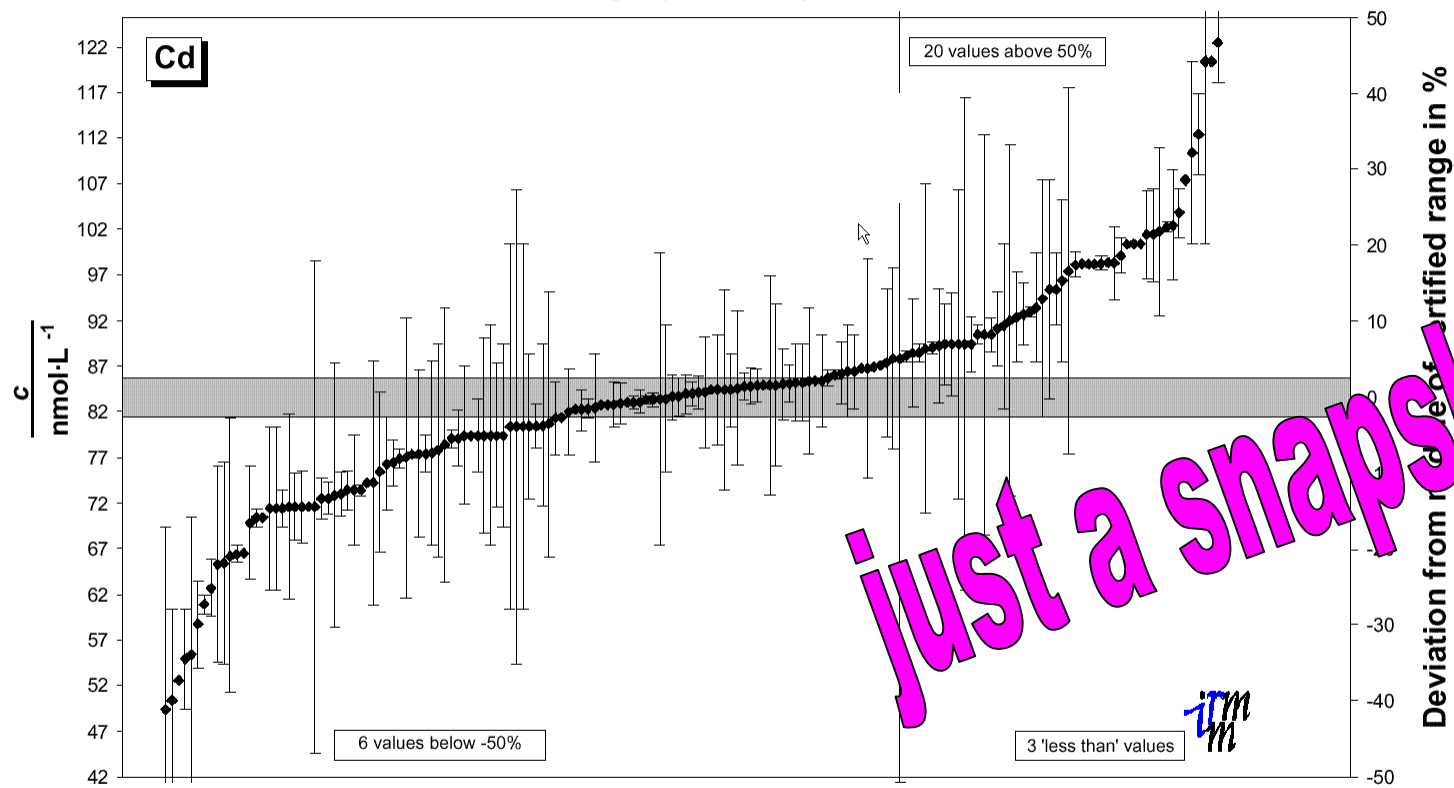
European Proficiency Testing Information System
(www.eptis.bam.de)

- Avrupa topluluğu 16 ülkede düzenlenen PT testlerini kapsayan bilgi bankasının
- Yaklaşık 750 PT testi içermektedir.
- WEB bilgi bankası PT programları ile ilgili detaylı bilgilerde içermektedir.
- PT konuları:
 - Analitik Kimya
 - Çevre koruma
 - Malzeme testleri
 - Mikrobiyoloji
 - Fiziksel testler



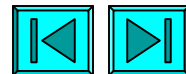
IMEP- 9 : Trace elements in Water

Certified range ($\pm U=2u_c$): 81.0 - 85.4 $\text{nmol}\cdot\text{L}^{-1}$

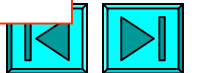
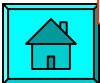
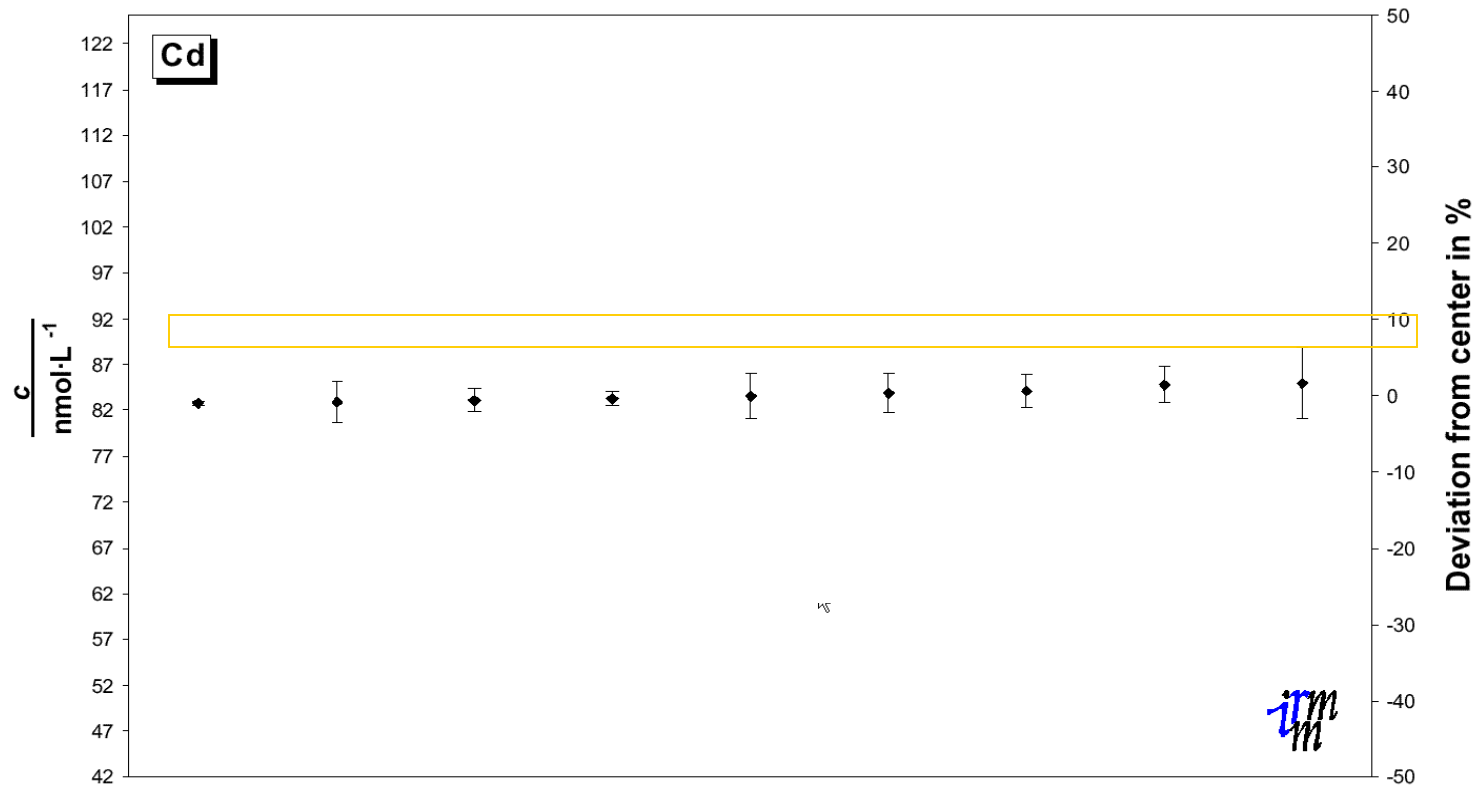


just a snapshot

Results from all participants.

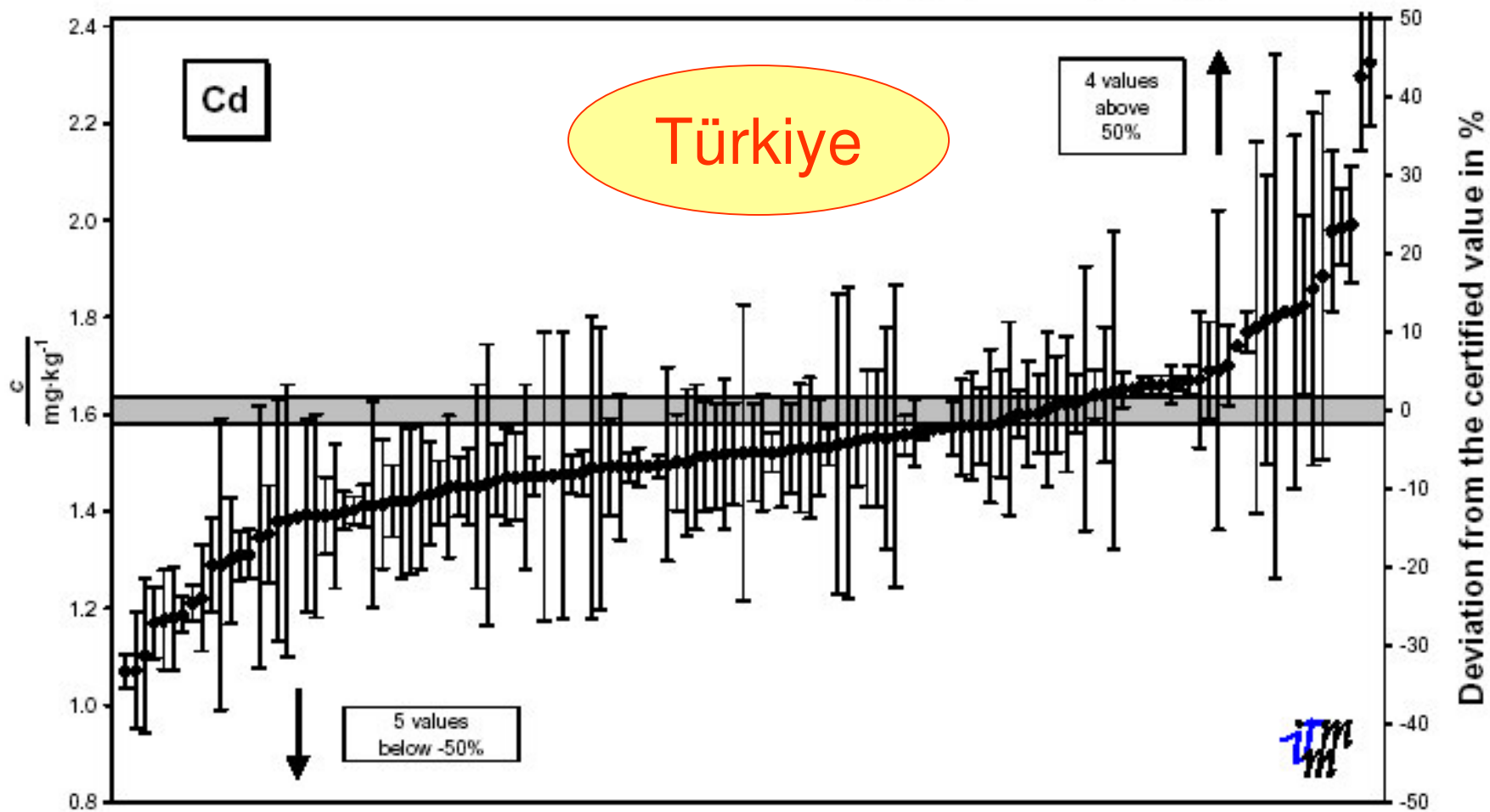


CCQM K2: key comparison Cd in water



IMEP- 19: Trace elements in Rice

Certified value : $1.618 \pm 0.028 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ [$U=k\cdot u_c$ ($k=2$)]

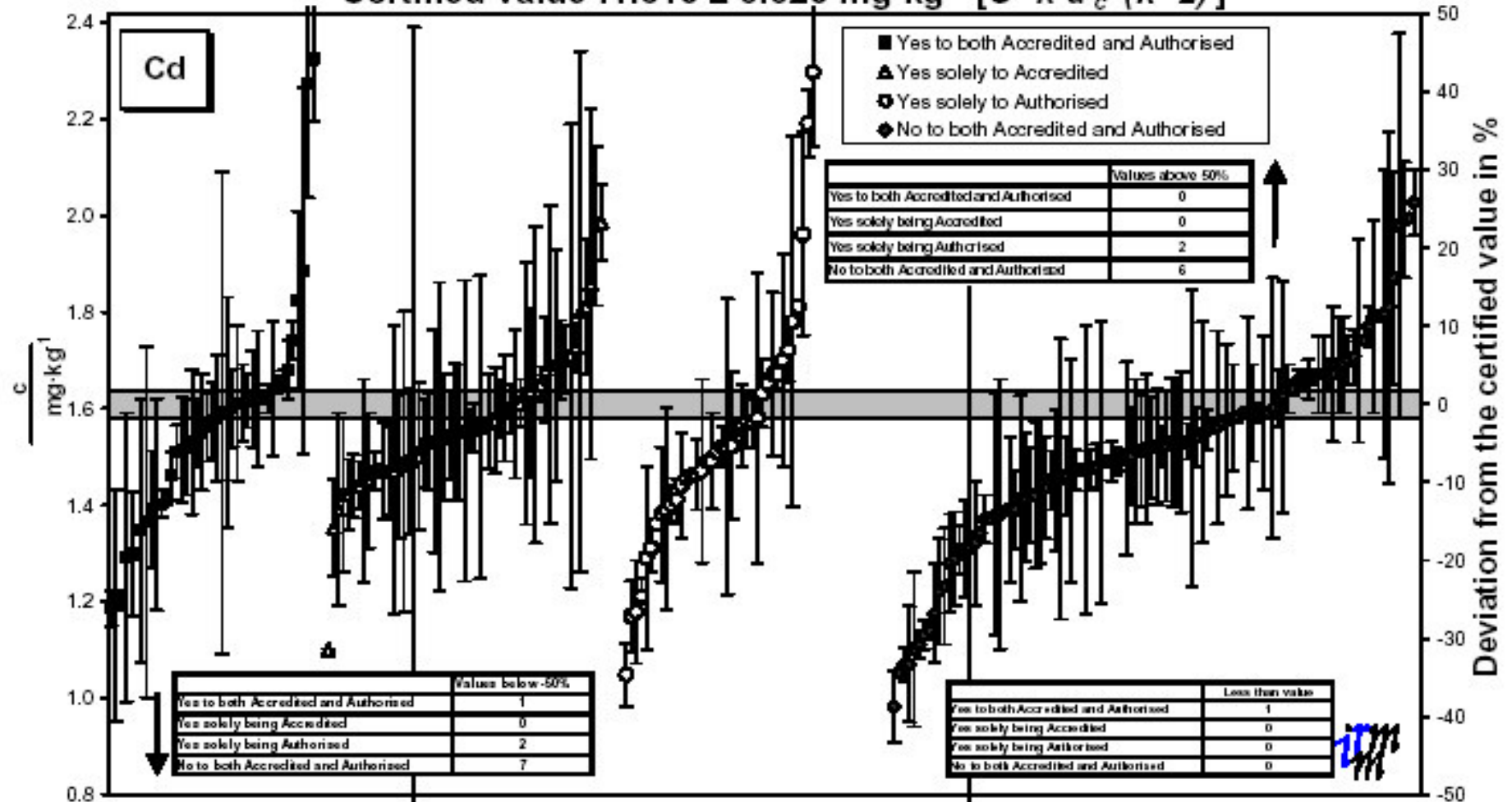


Results from EU candidate countries (Bulgaria, Croatia, Cyprus, Czech Republic, Estonia, Hungary, Latvia, Lithuania, Poland, Rumania, Slovakia, Slovenia and Turkey)

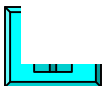
Akredite -Yetkili

IMEP- 19: Trace elements in Rice

Certified value : $1.618 \pm 0.028 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ [$U=k\cdot u_c$ ($k=2$)]

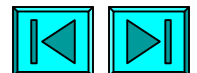
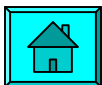
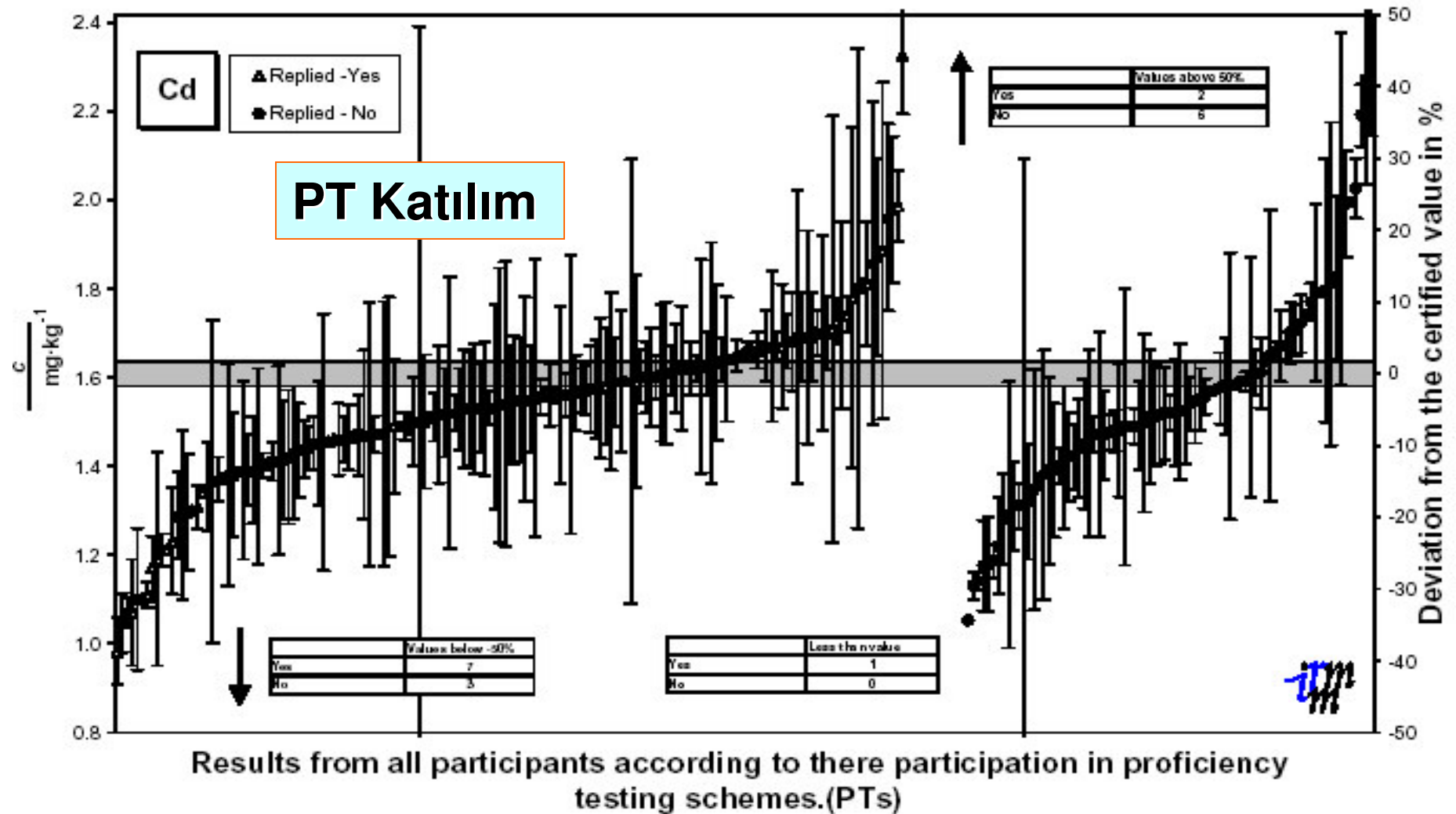


Results from all participants according to Accredited and/or Authorised.

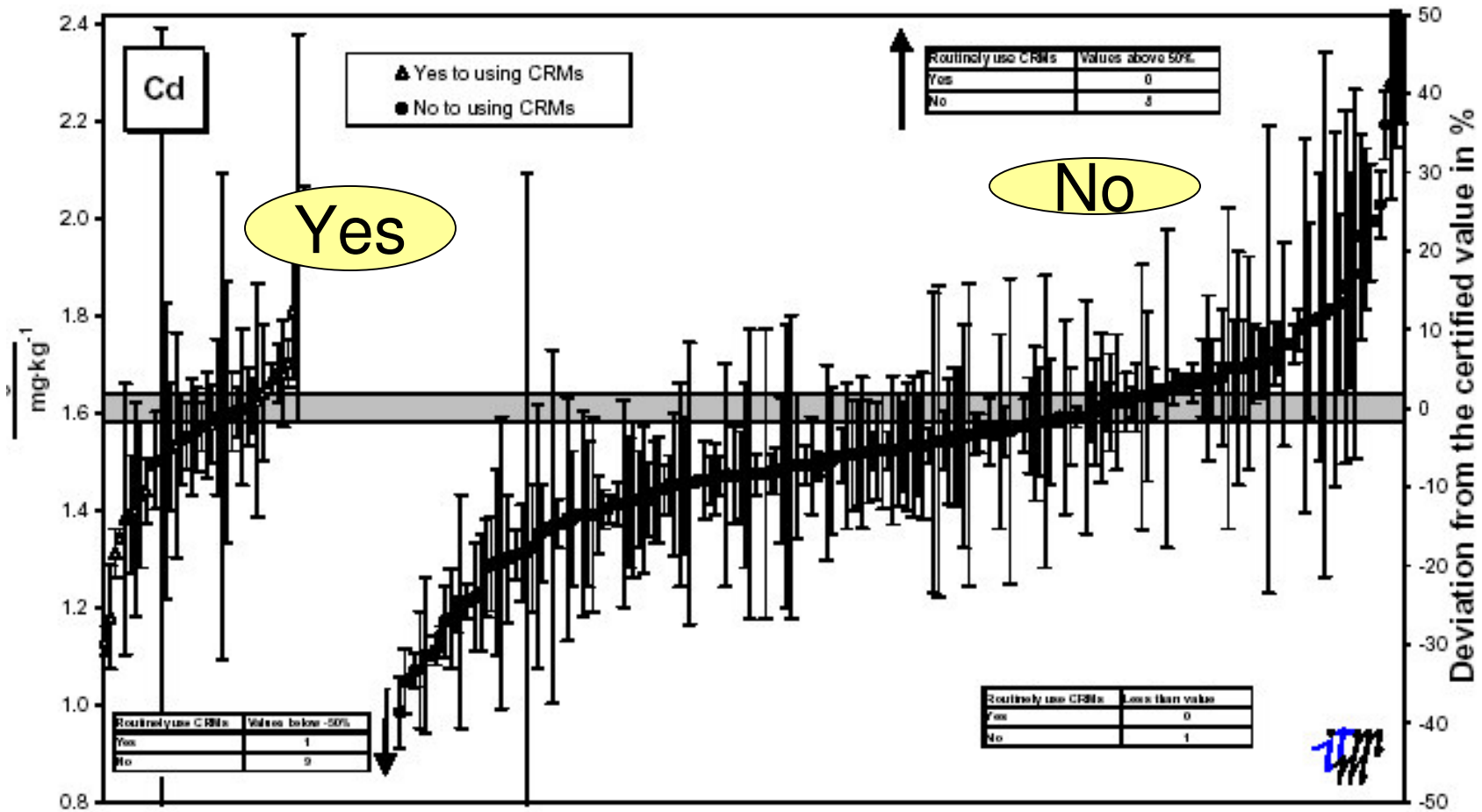


IMEP- 19: Trace elements in Rice

Certified value : $1.618 \pm 0.028 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ [$U=k\cdot u_c$ ($k=2$)]



IMEP- 19: Trace elements in Rice
 Certified value : $1.618 \pm 0.028 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ [$U=k\cdot u_c$ ($k=2$)]



Results from all participants on the use of Certified Reference Materials. (CRMs)

Türkiye 'den örnekler



Sorular ???

Sorular ??

Sorular?

