



Akreditasyon Danışmanlık



Excellence through measurement

DIŞ KALİTE KONTROL

(LABORATUVARLAR ARASI KARŞILAŞTIRMA
VE YETERLİLİK TESTLERİ)

12.02.2018-İSTANBUL

İbrahim AKDAĞ

Kimya Mühendisi

ATAKENT MAH. AKASYA SK. NO:3-G D.14 34303 KÜÇÜKÇEKMECE-İSTANBUL

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

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

Konusunda 20+10+ yıllık bilgi ve deneyimini sizinle paylaşmak için !

Test , Analiz ve Ölçüm Sonuçları

Güvenilir olmalı

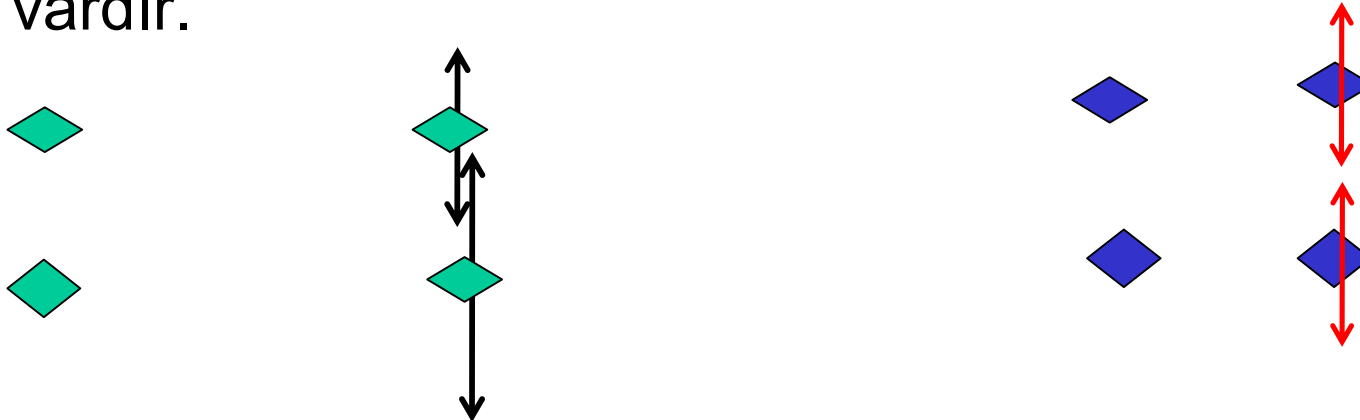
- ✓ Doğru
- ✓ Tekrarlanabilir
- ✓ Belirlenen *amaca uygun kalitede* olmalı
- ✓ Karşılaştırılabilir olmalı
- ✓ Ulusal ve uluslararası boyutta karşılaştırılabilir olmalı

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.
- Karşılaştırılabilirlik kriteri laboratuvarlar arası karşılaştırma çalışmaları sonucunda elde edilebilir.
- Laboratuvarlar arası tekrar üretilebilirlik Standart metotların validasyonu sırasında belirlenir.

Karşılaştırılabilirlik

- Aynı ürüne ait farklı laboratuvarlarda yapılan test ve analiz sonuçları karşılaştırarak karar verilmektedir.
- Aynı test veya analiz sonucunun aynı olması istenir. (Doğru karar verilmesi için)
- Laboratuvar sonuçları karşılaştırılabilir olmalıdır.
- Farklı laboratuvar sonuçlarının aynı olup olmadığını belirlemek için kullanılacak kriteri belirlemek için laboratuvarlar arası karşılaştırma sonuçlarına ihtiyaç vardır.



Karşılaştırma testleri- Neden ?

Laboratuvarlar arası karşılaştırma testleri çeşitli amaçlarla yapılan bir çalışmadır.

Karşılaştırma testleri düzenleme amaçları:

- ✓ Laboratuvar performansının ölçülmesi
- ✓ Laboratuvarlar arasındaki farklılıkların nedenlerini bulmak
- ✓ Laboratuvarların müşterilerine karşı güvenini sağlamak
- ✓ Metot performansının ölçülmesi
- ✓ Referans madde sertifikalandırılması
- ✓ Laboratuvarların belirsizlik beyanlarının doğrulanması

Karşılaştırma testleri faydaları

- ✓ Laboratuvarlar arası karşılaştırma testleri çeşitli amaçlarla kullanılan bir çalışmadır.
- ✓ Karşılaştırma testleri düzenleme amaçları:
- ✓ Laboratuvar performansının ölçülmesi
- ✓ Laboratuvarlar arasındaki farklılıkların nedenlerini bulmaya yarar
- ✓ Laboratuvarların müşterilerine karşı güvenini sağlamak
- ✓ Metot performansının ölçülmesi
- ✓ Referans madde sertifikalandırılması
- ✓ Laboratuvarların belirsizlik beyanlarının doğrulanması

Karşılaştırma testleri

Karşılaştırma testleri tipleri:

- ✓ Normal karşılaştırma testi
- ✓ Split-Level karşılaştırma testi
- ✓ Split-sample karşılaştırma testi (İki lab.)
- ✓ Özel proses değerlendirme testi
- ✓ EQA External Kalite Kontrol program

Karşılaştırma testleri

Normal karşılaştırma testi:

- ✓ Amaç laboratuvarların genel performansını belirlemektir.
- ✓ Homojen test örneği aynı anda tüm laboratuvarlara gönderilir.
- ✓ Her laboratuvar kendi kullandığı metoda göre analiz yaparak sonuçları organizatöre gönderir.
- ✓ Her laboratuvar istediği metodu kullanabilir.
- ✓ Sadece ortalama sonuç raporlanır.

Karşılaştırma testleri

Split-Level Karşılaştırma testi:

- ✓ Amaç laboratuvarın kesinliğini belirlemektir.
- ✓ Birbirine yakın derişimde iki örnek gönderilerek ayrı ayrı analiz edilip sonuçlar gönderilir.
- ✓ Her laboratuvar kendi kullandığı metoda göre analiz yaparak iki ayrı sonucu organizatöre gönderir.
- ✓ Her laboratuvar istediği metodu kullanabilir.

Karşılaştırma testleri

Split-Sample Karşılaştırma testi:

- ✓ Amaç iki laboratuvarın sonucunu karşılaştırmaktır.
- ✓ Aynı örnek ikiye bölünerek iki laboratuvara gönderilir.
- ✓ Laboratuvarlardan biri referans laboratuvar olmalıdır.

Karşılaştırma testleri

Özel proses değerlendirme testi

- ✓ Analizin belli aşamasının performansının ölçümü için düzenlenen testlerdir.

EQA External Kalite Kontrol program

- ✓ Klinik laboratuvarlar arasında düzenlenen ve testin tüm aşamalarını kapsayan Dış kalite Kontrol programlarıdır

Test Düzenleyici Kuruluş için kalite Standartları

- ✓ Test düzenleyici kuruluş gerekli kalite şartlarını sağlamalıdır.
- ✓ ISO 9001
- ✓ ISO 17025-2005
- ✓ ISO17043-2010
- ✓ ISO 13528-2015

Karşılaştırma Test Süreci

- ✓ Test düzenleyicisi tarafından test konusunun belirlenmesi
- ✓ Test protokolünün hazırlanması
- ✓ Katılımcı laboratuvarlara duyuru yapılması
- ✓ Test örneği belirlenmesi ve hazırlanması (gerçek durumu temsili önemli)
- ✓ Homojen örnek hazırlanır (Homojenite ve stabilite testi)
- ✓ Katılımcı Laboratuvarlara örnek gönderilmesi
- ✓ Sonuçların alınması
- ✓ Sonuçların hesaplanması ve raporlanması
- ✓ Katılımcılara destek hizmetleri

Karşılaştırma Test Planlama

- ✓ YT sağlayıcısı, programın kalitesini etkileyen süreçleri belirlemeli ve planlamalı
- ✓ Bu planlama süreci , fizibilite çalışmaları sonucuna göre oluşturulur.
- ✓ YT programına başlamadan önce bir protokol (plan) dokümanı hazırlanmalıdır.

Karşılaştırma Test Süreci

YT Sağlayıcısı asgari gereklilik:

- ✓ İlgili test alanında tecrübe sahibi olmalı
- ✓ Bir YT programının düzenlenmesi için yeterli bilgi ve deneyime sahip olmalı
- ✓ İstatistiksel prosedürler ile ilgili temel bilgiye sahip olmalı – bir istatistik uzmanından yararlanmak gerekebilir
- ✓ İlgili bütün ulusal ve uluslararası standartlar/rehber dokümanlar konusunda bilgi sahibi olmalı

Test Numunesi Seçimi

- ✓ Test numunelerinin nasıl hazırlanacağına karar verilmeli; satın alma, üretme vs.
- ✓ Test örneklerinin uygunluğu, homojenitesi ve stabilitesini denetleyecek mekanizmalar üzerinde karar verilmeli
- ✓ Ön-duyuru
- ✓ YT başlamadan önce, katılımcılara gerekli bilgiler gönderilmeli
- ✓ Katılımcılara hangi bilgilerin verileceği belirlenmeli

Kullanılacak Metotlar

- ✓ Programın kapsadığı metotlar ve prosedürler ile ilgili bilgiler dokümante edilmeli.
- ✓ Bu bilgiler fizibilite çalışmaları sırasında oluşturulacaktır.
- ✓ Katılımcılar, kendi seçtikleri metodu kullanıp kullanamayacakları belirlenmeli
- ✓ Sonuçların, sadece analitlere göre mi, yoksa analit ve metotlara göre mi raporlanacağına karar verilmeli

İstatistiksel Analiz ve Raporlama

- ✓ Kullanılacak istatistiksel analiz yöntemi belirlenmeli
 - ✓ Referans değerin nasıl belirleneceği ?
 - ✓ Sapan değerlerin nasıl değerlendirileceği ?
- ✓ Hangi performans değerlendirme tekniklerinin kullanılacağı belirlenmeli
- ✓ İstatistiksel hesaplama ve değerlendirme yöntemi protokolda belirtilmeli

Katılımcılara Talimatlar

- Sonuçların raporlanması ile ilgili özel talimatlar
 - Sonuçların raporlanacağı birim
 - Sonuçların kaç basamakla raporlanacağı veya anlamlı raporlama
 - Raporlamanın kuru baz üzerinden veya örnek alındığı şekilde mi yapılacağı
 - Son sonuç gönderme tarihi
- Katılımcılara, test numunesinin rutin numune gibi analiz edilmesi açık bir şekilde belirtilmeli

Gönderilecek Örnek Özellikleri

- ✓ Gönderilecek örnek:
- ✓ Homojen olmalıdır (Homojenite testi örnek gönderilmeden önce belirlenmelidir)
- ✓ Analiz için gereken uygun miktarda örnek gönderilmeli
- ✓ Örnek test yapılana kadar stabil olacak şekilde hazırlanmalıdır.
- ✓ Analiz süresi ve saklama koşulları belirlenmelidir.
- ✓ Örnek ambalajı uygun şekilde yapılmalıdır. (nakliye sırasında kırılma dökülmeye karşı önlem)
- ✓ Uygun şekilde etiketlemeli
- ✓ Örneğin katılımcıya ulaşip ulaşmadığı kontrol ve teyit edilmelidir.

Örnek Homojenlik testi

- ✓ Test edilecek bileşen seçilir
- ✓ Test metodu seçilir
- ✓ Homojen örnek hazırlama prosedürü belirlenir
- ✓ Örnek sayısı belirlenir
- ✓ Yeterli miktarda homojen örnek hazırlanır
- ✓ Homojenlik kabul kriteri belirlenir
- ✓ Homojenite kontrolü-analiz yapılır
- ✓ Sonuçlar hesaplanır ve değerlendirilir
- ✓ Olumsuz örnek için uygulanacak işlem belirlenir

Karşılaştırma test Süreci

- ✓ YT örnekleri test için hazırlandıktan ve ambalajlandıktan sonra uygun sayıda örnek seçilir
- ✓ Rast gele en az 10 test örneği seçilir
- ✓ Her örnekten iki paralel analiz yapılır
- ✓ Rast gele paralel örnekler analiz edilir
- ✓ Genel ortalama, aynı örnek için standart sapma (s_w) ve örnekler arası standart sapma hesaplanır (s_s)

Karşılaştırma test Süreci

- ✓ Metot tekrarlanabilirlik standart sapması (σ_{an}) YT standart sapması ile karşılaştırıldığında ihmal edilecek kadar küçük olmalıdır (σ_p)
- ✓ Metot tarafından belirlenebilir
- ✓ Tekrarlanabilirlik testi standart sapma ile YT standart sapma oranı
- ✓ $\sigma_{an} / \sigma_p < 0.5$

Karşılaştırma Testleri Performans Değerlendirme

Performans değerlendirme için değişik değerlendirme yöntemleri kullanılır.

- ✓ Fark veya % Fark (İki sonuç karşılaştırmak için)
- ✓ Z-Skoru
- ✓ Z'-Skoru
- ✓ Zeta Skoru
- ✓ En sayısı

Karşılaştırma Testleri Performans Değerlendirme

- ✓ Performans değerlendirme için değişik değerlendirme yöntemleri kullanılır.
- ✓ İki sonuç karşılaştırmak için iki sonuç arasındaki mutlak fark veya rölatif fark değerlendirilir.

$$Di = x_1 - x_2$$

$$\% Di = \frac{x_1 - x_2}{X_{ort}} * 100$$

Karşılaştırma Testleri Performans Değerlendirme

- ✓ Performans değerlendirme için:
- ✓ Test referans değeri belirlenir
- ✓ Test için referans standart sapma belirlenir.
- ✓ Laboratuvar sonucundan Z skoru hesaplanır.

$$Z = \frac{(x_i - X_{ref})}{\sigma}$$

- ✓ X_i : Laboratuvar sonucu
- ✓ X_{ref} : referans değer
- ✓ σ : Referans standart sapma

Karşılaştırma Testleri Performans Değerlendirme

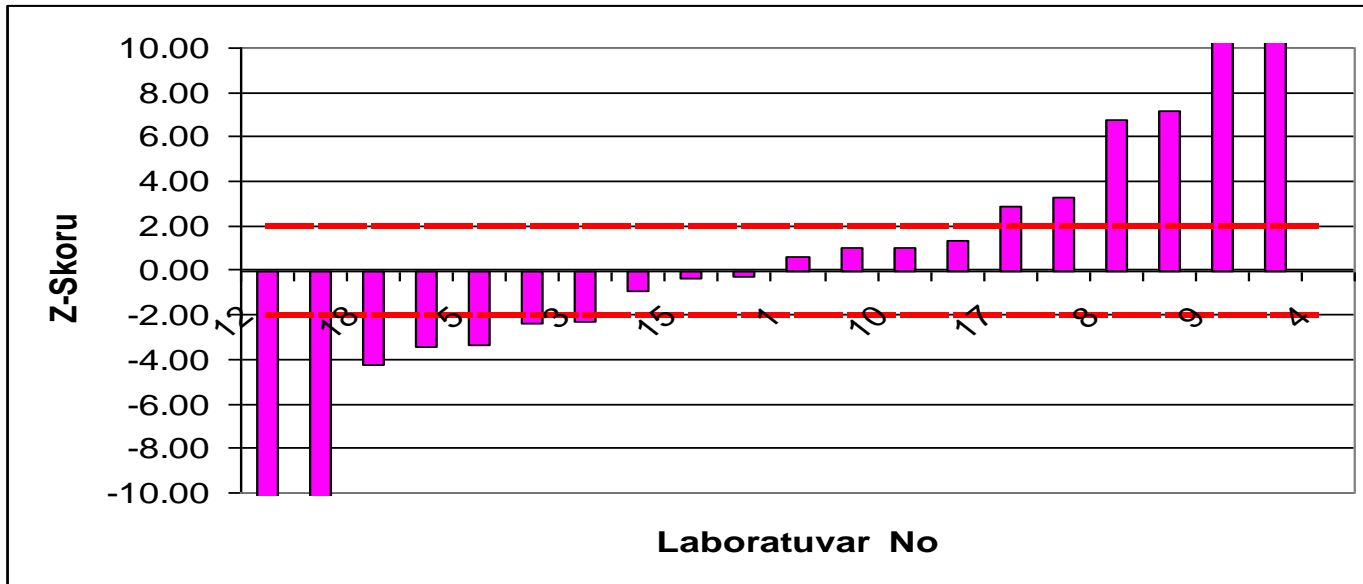
- ✓ Performans değerlendirme için:
- ✓ Test referans değeri belirlenir
- ✓ Test için referans standart sapma belirlenir.
- ✓ Laboratuvar sonucundan Z skoru hesaplanır.

$$Z' = \frac{(x - X)}{\sqrt{\hat{\sigma}^2 + u_x^2}}$$

- ✓ X_i : Laboratuvar sonucu
- ✓ X_{ref} : referans değer
- ✓ σ : Referans standart sapma
- ✓ U_x : Referans değerinin belirsizliği

Karşılaştırma Test Performans Değerlendirme

- ✓ Z, Z' ve Zeta skoru değerlendirme:
- ✓ $\pm 2 < Z$ Performans yeterli
- ✓ $\pm 2 < Z < \pm 3$ Performansı şüpheli
- ✓ $Z > \pm 3$ performansı yetersiz



Diğer Performans Değerlendirme

- ✓ Zeta skoru: Laboratuvar standart belirsizliği de hesaba katılır. (Z skorla aynı kriter)

$$\zeta = \frac{x - X}{\sqrt{u_{\text{lab}}^2 + u_{\text{av}}^2}}$$

x: lab sonucu

X : referans değer

U_{lab}: Lab. Standart Belirsizliği

U_{av}: Ortalama standart Belirsizlik

Diğer Performans Değerlendirme

- ✓ En sayısı: laboratuvar genişletilmiş belirsizliği hesaba katılarak değerlendirilir.
- ✓ Metroloji Enstitüleri arasındaki Anahtar Karşılaştırma testlerinde kullanılır.
- ✓ ($E_n < 1$ olmalı)

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{\text{lab}}^2 + U_{\text{ref}}^2}}$$

- ✓ x: lab sonucu
- ✓ X : referans değer
- ✓ U_{lab}: Lab. Genişletilmiş Bel
- ✓ U_{ref}: referans değer genişletilmiş Belirsizlik

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 (Aynı firmanın laboratuvarları arasında)
- EQA karşılaştırma programı, klinik laboratuvarlar için

Referans Kaynaklar

- ✓ ISO13528-2015 Statistical Methods For Use In Proficiency Testing By Interlaboratory Comparisons Of Proficiency Testing Schemes
- ✓ Eurachem Guide On Selection, Use And Interpretation Of Pt Schemes Edition 1.0 – 2000
- ✓ ILAC G13:2000 Guidelines For The Requirements For The Competence Of Providers Of Proficiency Testing Schemes
- ✓ ISO/IEC 17043-2010 Conformity Assessment - General Requirements For Proficiency Testing
- ✓ EA-03/04 Use of Accreditation as a Tool for Proficiency Testing
- ✓ EA-4/18: 2010 Yeterlilik testi katılım düzeyi ve sıklığına ilişkin kılavuz
- ✓ EPTIS Yeterlilik Test Bilgi Bankası
- ✓ www.eptis.bam.de
- ✓ **YEBİS TÜRKAK web sayfası**

Sorular ???

Sorular ??

Sorular?