



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](http://www.uzmanakreditasyon.com)

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

Sunum İçeriği

- *Metot Validasyonu ve önemi*
- *Kavramlar ve tanımlar*
- *Metot Validasyonu (5N+1K)*
- *Metot türleri*
- *Metot Validasyonu Parametreleri*
- *Tekrar Validasyon Gereksinimleri*

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.

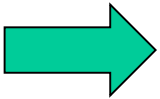
Güvenilir sonuç elde edilmesi süreci

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

Metot Validasyonu 5N+1K

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



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 !!)

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

Güvenilir sonuç için !!

- ✓ Ölçme, kalibrasyon, analiz ve testin bilimsel temellerinin anlaşılması
 - ✓ Yeterli İstatistik Bilgisi
 - ✓ Yeterli Metroloji bilgisi
- ✓ Her biri için performansa dayalı yeterli deneyim

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	

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.

Metot Validasyonu-Ne zaman?

- ✓ Herhangi bir metot bir laboratuvarda ilk defa uygulanacağı zaman
- ✓ Kullanılmakta olan metotta değişiklik yapıldığı zaman (değişiklik kapsamında)
- ✓ Valide edilmiş bir metot başka bir laboratuvarda 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

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 (istatiksel kalite kontrol)

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 laboratuvarda bu konularda yeterli olan kişiler tarafından planlanıp yürütülmelidir.*
- ✓ *Validasyon çalışmalarının raporlanması ve yorumlanması için gerekiyorsa dışarıdan hizmet alınmalıdır.*

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.

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 laboratuvarında geliştirilmiş metot (In-House Metot)
- ✓ Değiştirilmiş Standart veya Valide edilmiş Metot (Add-Hoc metot)
- ✓ Deneysel Metot (Empirical Metot)

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

Metot Validasyon Parametreleri

Ölçüm Metotları

- ✓ Doğruluk (Accuracy)
- ✓ Tekrarlanabilirlik (Repeatability)
- ✓ Tekrar Üretilirlik (Reproducibility, Uyarlık)
- ✓ Ölçüm Aralığı (Range)

Test Metotları

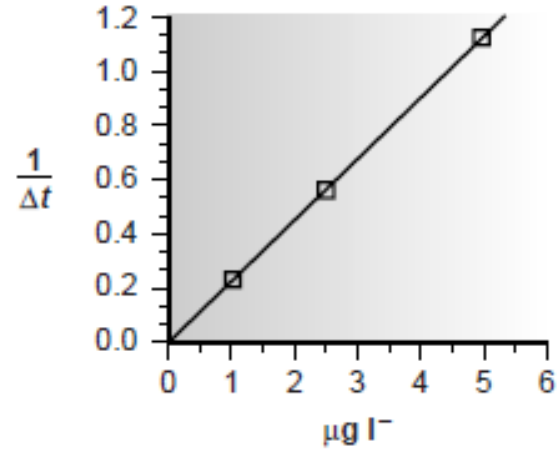
- ✓ Tekrarlanabilirlik,
- ✓ Tekrar üretilebilirlik
- ✓ Karşılaştırılabilirlik (Doğruluk ?)

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)

Analiz Doğruluğu Üç Bileşeni



Geri Kazanım



Spesifiklik



Doğruluk



DOĞRU



Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

(Kontrol edilmesi ve/veya validasyon gerektiren durumlar)

Personel Deęiřiklikleri:

- ✓ Yeni personel
- ✓ Personel ayrılması

Cihaz Deęiřiklikleri:

- ✓ Yeni cihaz alınması
- ✓ Cihazda bakım ve/veya arıza-tamir sonrası kullanımı

Kapsam Deęiřiklikleri:

- ✓ Yeni ürün (matriks)
- ✓ Aynı üründe konsantrasyon aralığı deęiřimi
- ✓ Kullanılan standart, kimyasal madde deęiřiklikleri
- ✓ Ortam kořullarında deęiřim
- ✓ Cihaz yeri deęiřimi –Tařınma

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

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 önceden belirlenen performansı sağladığında yetkilendirilmelidir.
- ✓ Yeni personelin yaptığı validasyon çalışmalarını validasyon raporuna ek olarak verilmelidir.
- ✓ Ayrılan personelin yaptığı validasyon verilerinin rapordan çıkarılmasına gerek yoktur.

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Personel Yetkilendirme Süreci:

- ✓ Personelin metodun bilimsel prensiplerini anlaması
- ✓ Metot kapsamına uygu validasyon alıřmalarını yapması
- ✓ Validasyon sonuçlarının hesaplanması ve deęerlendirilmesi (istatistik deęerlendirme, F,t, ANOVA)

Deęerlendirme,

- ✓ Standart metotta verilen performans kriterlerine göre
- ✓ Müřteri ihtiyalarına uygunluęuna göre
- ✓ Daha önce yetkilendirilmiş personel validasyon verilerine göre deęerlendirilmelidir.

Kalite Kontrol

- ✓ Tekrarlanabilirlik kontrolü ($X_1 - X_2 < r$
- ✓ Tekrar Üretilirlik kontrolü ($A - B < R$)
- ✓ Doğruluk $X - X_{CRM} < \pm u$

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Ölçüm Metotları- Personel Deęiřiklięi

- ✓ Personel cihaz kullanmasını bilmeli
- ✓ Personel ölçüm protokolünü bilmeli
- ✓ Ölçüm sonuçlarının deęerlendirme kriterlerini ve nasıl deęerlendireceęini bilmeli
- ✓ Tekrarlanabilirlięini gösteren validasyon verileri olmalı
- ✓ Tekrar üretilebilirlięini 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)

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

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Ölçüm Metotları- Cihaz Bakım-Arıza Tamir sonrası

- ✓ Cihaz kalibrasyonu yapılmalı ve kalibrasyon kararlılığı kontrol edilmeli

Cihaz Tařınma ve Yer deęiřiklięi

- ✓ Cihaz kalibrasyonu yapılmalı ve kalibrasyon kararlılığı kontrol edilmeli

Cihaz kalibrasyon sonrası

- ✓ Kalibrasyon sonucu bir önceki kalibrasyon verileri ile karşılaştırılmalı
- ✓ Cihaz belirsizlięi ve sapma deęeri metotta verilen aralıklar içinde olmalı

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 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)

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 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

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)

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Cihazla Yapılan Analizler-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

Laboratuvar kořullarında deęiřiklikler

Cihazla Yapılan Analizler-Örnek cinsi ve analiz aralıęı
Deęiřiklięi

- ✓ Yeni örnek için katı örneğe homejenizasyon çalıřması yapılmalı

Yeni örnek için ;

- ✓ Tekrarlanabilirlik
- ✓ Tekrar üretilebilirlik
- ✓ Doğruluk-Geri kazanım çalıřması

Aynı örnek analiz aralıęı deęiřiklięi için:

- ✓ Tekrarlanabilirlik
- ✓ Tekrar üretilebilirlik
- ✓ Doğruluk-Geri kazanım çalıřması

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 ???

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 ???

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 ???

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 ???

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. !!!

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.*

Akreditasyon Kapsamı

Deney Alanı - Deneyi Yapılan Malzemeler/Ürünler ⁴		Deney Metodu
	Deney Adı /Name of Test	(Ulusal, uluslararası standartlar, işletme-içi metodlar)
İçme Suyu	pH Ölçümü	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)
İçme Suyu	Kurşun Analizi	
Kömür	Nem Tayini	
Kömür	Kükürt Analizi-Tayini	
Meyve Ve Sebze	Pestisit Kalıntı Analizi	
Fındık Ezmesi	Aflatoksin Analizi	
Tüm Gıdalarda	Nem Tayini	
ISG Çalışma Ortamı	Termal Konfor Ölçümü	
ISG Çalışma Ortamı	Gürültü Ölçümü	
Çelik İnşaat Malzemesi	Çekme Testi	

Gıdada AAS Metal tayini (5 Yıllık akredite laboratuvar)

Bileşen	Değer	Standart Belirsizlik	Relatif Standart Belirsizlik	
Standart Hazırlama	-	-	0,00108	0.00108
Örnek Hazırlama	-	-	0,57330	0.5733
Kalibrasyon	2	0,23800	0,11900	0.119
6 Yıllık akredite ve eğitim veren Lab				
Tekra	-	-	0,04075	0.04075
Tekrar Üretilebilirlik	-	-	0,03575	0.03575
Doğrusallık	-	-	0,03575	0.03575
Toplam Belirsizlik			0,88	0.88

$$U_{(Cu)} = k \times U(\text{Zn-Relatif Std.Bel.})$$

$$U_{(Cu)} = 2 \times 0,88$$

$$U_{(Cu)} = \pm 1,76$$

% U

176

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
Geniştirilmiş 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
Geniştirilmiş Belirsizlik	0.708639417
% Belirsizlik	71

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

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

