



**Akreditasyon Danışmanlık**

Konusunda 25 yıllık bilgi ve deneyimini sizinle paylaşmak için!

## İÇ KALİTE KONTROL VE KONTROL DİYAGRAMLARI

**İbrahim AKDAĞ**

**Kimya Mühendisi**

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

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

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

# Laboratuvar Performansının Sürekliliđi (Kalite Kontrol)

- ✓ Laboratuvar başlangıçta amaca uygun kalitede sonuç üretecek yeterliliđi sağladıktan sonra bunun sürekliliđini de sağlamalıdır.
- ✓ Laboratuvar kalitesinin-performansının sürekliliđin sağlanması aynı koşulların sürdürülmesi ile mümkündür.
- ✓ Laboratuvar kalitesinin sürdürülmesi için bir çok parametrenin kontrol altında tutulması gerekir.
- ✓ Bu kontroller planlı ve sistematik olarak yapılırsa kalitenin sürekliliđi sağlanır.

# Laboratuvar Performansının Sürekliliđi (Kalite Kontrol)

- ✓ Laboratuvar performansının sürdürülmesi için test ve analiz sürecinin belli noktalarında kalite kontrol işlemleri yapılmalıdır.
- ✓ Laboratuvar içinde yapılan bu kontrol işlemlerine İç Kalite Kontrol denir.
- ✓ Planlanan İç kalite Kontrol işlemleri yapılan test ve analiz işinin kapsamına uygun ve yeterli olmalıdır.

## İç Kalite Kontrol ( Madde 5.9)

- ✓ Laboratuvar, yapılan test ve kalibrasyonların geçerliliğinin izlenmesine yönelik kalite kontrol prosedürlerine sahip olmalıdır.
- ✓ Elde edilen veriler, mümkünse istatistiksel teknikler kullanarak izlenmelidir.

## İç Kalite Kontrol ( Madde 5.9)

- ✓ Bu izleme etkinliği planlanıp gözden geçirilecek olup, aşağıdakileri içerebilir, ancak bunlarla sınırlı değildir.
- ✓ a) Sertifikalı referans malzemelerinin düzenli olarak kullanılması ve/veya ikincil referans malzemeleri kullanılarak yapılan dahili kalite kontrolü;
- ✓ b) Laboratuvarlar arası karşılaştırma ya da yeterlilik test programlarına katılım

## İç Kalite Kontrol ( Madde 5.9)

- ✓ c) Aynı ya da başka metot kullanılarak yapılan paralel testler ya da kalibrasyonlar;
- ✓ d) Daha önce test veya analizi yapılan örneklerin yeniden test veya analizi
- ✓ e) Örneğin farklı özelliklerinin karşılaştırılması ve sonuçların korelasyonu.
- ✓ **NOT:** Seçilen metotlar, yapılan işin tipine ve hacmine uygun olmalıdır.

## *İç Kalite Kontrol Planı*

- ✓ İç kalite kontrol iki ana başlık altında yapılmalıdır.
- ✓ 1-Analizin sürecinin değişik aşamalarında yapılan kontroller
- ✓ 2-Son analiz sonucunun kontrolü
  - ✓ Tekrarlanabilirlik,
  - ✓ Tekrar üretilebilirlik,
  - ✓ Doğruluk
  - ✓ LOQ

## *Analiz Süreç Adımlarında Kontrol*

- ✓ Analizin değişik aşamalarında kontroller yapılmalıdır.
- ✓ Önce analiz sürecin kritik aşamaları belirlenir.
- ✓ Bu noktalarda nasıl kontrol yapılacağı belirlenir.
- ✓ Kontrol kriterleri belirlenir



## *Analiz Süreci*

- ✓ Örnek alma ( örneğin ürünü temsili kontrol edilmelidir)
- ✓ Örneğin Laboratuvara getirilmesi ( Örneğin taşıma sırasında özelliğini kaybetmemesi sağlanmalıdır)
- ✓ Örnekten analiz örneği hazırlanması ( homojenite ve örnekleme kontrol edilmelidir)
- ✓ Örnek ön işlem- örnek hazırlama işlemi kontrol
- ✓ Analiz aşamasında yapılan kontroller.
- ✓ Hesaplanan sonuç üzerinden yapılan kontroller( tekrarlanabilirlik, tekrar üretilebilirlik, doğruluk)

## *Analiz Süreci- Örnek Alma*

- ✓ Örnek alma laboratuvarın sorumluluğunda ise örnekleme işlemi validasyonu ve gerektiğinde belli aralıklarla kontrolü yapılmalıdır.
- ✓ Bunun için örnekleme planına göre alınan örnekler paralel analiz edilerek örnekleminin temsili olup olmadığı ANOVA testi ile kontrol edilir.

## *Örnek Kabul Aşamasında Kontrol*

- ✓ Laboratuvara getirilen örneğin analiz için yeterli miktarda orijinalliği bozulmamış olması kontrol edilir.
- ✓ Uygun ambalaj , etiket , dökülmemiş, bozulmamış olmalıdır. ( Gözle , miktarı ölçülerek kontrol)

## *Ürün Örneğinden Analiz Örneği Hazırlama*

- Laboratuvara getirilen ürün örneğinden analiz örneğinin hazırlanması.
- Örneği Homojen hale getirme
- Bölme, ayırma işlemi
- Homojenite Kontrol
- Bunun için en az 10 analiz örneği paralel analiz edilerek sonuçlar ANOVA testine tabi tutulur.
- ANOVA test sonucu uygun çıkmalıdır.

## *Analiz Örneği Hazırlama*

- Analiz öncesi örneğe fiziksel veya kimyasal işlemler uygulanıyorsa bu işlemin kontrol edilmesi gerekir.
- Paralel örnek analiz sonucunu karşılaştırarak
- Gözle kontrol ederek
- Spike recovery testi ile

## *Analiz Aşamasında Yapılan Kontroller*

Cihazla yapılan analizlerde Analitik sistemin uygun olduğunu kontrol için yapılan kontroller.

- ✓ *Başlangıçta sistemin kontrolü ( Sistem Uygunluğu Kontrolü - System Suitability Check)*
- ✓ Hassasiyet Kontrolü
- ✓ Spesifiklik Kontrolü ( Girişim veya kromatografik ayırım)
- ✓ Kalibrasyon grafiği lineerlik kontrolü

Analiz süresince yapılan ara kontroller:

- ✓ Kalibrasyon kontrolü, (kayma )

## *Analiz Sonucu İzlenerek Kontrol*

Analiz sonucu hesaplandıktan sonra sonuçların karşılaştırılarak kontrol edilmesi.

- ✓ Tekrarlanabilirlik kontrolü
- ✓ Tekrar Üretilebilirlik Kontrolü
- ✓ Doğruluk Kontrolü ( Hata Kontrolü)

## Örnek İç Kalite Kontrol Protokolü

- Örnek: Alevli AAS ile içme suyunda metal tayini için uygulanacak kontrol işlemleri
- Blank kontrolü
- Cihaz hassasiyet kontrolü (abs/ppm)
- Kalibrasyon grafiği kontrolü (R)
- Periyodik kalibrasyon kontrolü

<i>Sistem Uygunluğu Parametreleri</i>		
<i>Parametre (Cu AAS</i>	<i>Değer</i>	
<i>Hassasiyet( en az Abs/ppm)</i>	0.100	
<i>Absorbans tekrarlanabilirlik (%RSD)</i>	0.50	
<i>Blank değeri( max Abs.)</i>	0.003	
<i>QC Protokol</i>		
<i>Parametre</i>	<i>Periyot</i>	<i>Limit/değer</i>
Blank okuma	5 okumada bir	max. 0.003
Kalibrasyon kontrol	10 okumada bir	max % 5 sapma
Kalibrasyon tekrarı	% 5'ten fazla sapma veya 20 örnekte bir	max % 5 sapma
QC kontrol örnek analizi	Her hafta	



# İstatiksel Kalite Kontrol

## Nedir ?

- Analiz kalitesinin sürekliliğini sağlama için kullanılan istatiksel kalite kontrolü prosedürüdür.
- Analiz sonuçları kalite kontrol grafikleri ile periyodik olarak ve sürekli izlenir .
- Kalite kontrol diyagramı izlenerek analizlerin belirlenen kontrol limitleri içinde çalışıp çalışmadığı izlenir.
- Önceden belirlenen kontrol limitleri dışına çıktığında analiz durdurularak nedenleri araştırılır.
- Problemin nedeni belirlenip gerekli düzeltici işlemler uygulandıktan sonra analize devam edilir.

# İstatiksel Kalite Kontrol Nasıl ?

- İstatiksel kalite kontrol yönteminde belli periyotlarla kontrol analizi yapılarak sonuçlar karşılaştırılır.
- Sonuçlar kalite kontrol grafikleri işlenerek değerlendirilir.
- Kalite kontrol grafikleri kolay değerlendirilebilen basit grafiklerdir.
- Görsel olarak kalite sonuçları izlenebilir.

# İstatiksel Kalite Kontrol

## Nasıl ?

- Kalite kontrol diyagramları analiz edilerek sapmanın rast gele sapma mı gerçek bir sapma mı olduğu kontrol edilir.
- Böylece üretim prosesi istatiksel kontrol limitleri dışına çıkmışsa üretim durdurularak gerekli düzeltme yapılır.
- İstatiksel kontrol diyagramları için değişik kontrol diyagramları kullanılmaktadır.
- Burada en çok kullanılan ve ISO standardı olarak yayınlanmış “Shewhart” kontrol diyagramları ile kalite kontrol diyagramlarının nasıl oluşturulacağı verilecektir.
- ( ISO 8258-1991 Shewhart Control Charts)

# Shewhart Kontrol Diyagramı

- Shewhart kontrol grafiđi oluşturulması prosesden belli aralıklarla alınan ürün örneklerinde yapılan analiz sonuçlarından oluşturulur.
- Belli aralıklarla belli sayıda örnek alınarak analiz edilir.
- Sonuçların ortalaması ve dağılımı analiz edilir.
- Sonuçların ortalamasına, dağılım aralığına ve standart sapmasına göre kontrol grafikleri oluşturulabilir.
- Her parametre için hedef değer , alt ve üst kontrol limitleri belirlenir.

# Test ve Analiz Sonuçları Kontrol Diyagramları

Test ve analiz sonuçlarının kalite kontrolü:

- Tekrarlanabilirlik Kontrolü
- Tekrar Üretilebilirlik Kontrolü
- Hata kontrolü ( Doğruluk Kontrolü)

# Tekrarlanabilirlik ve Tekrar Üretilebilirlik Kontrolü

- Kontrol diyagramları için gerekli örnekler
- Tekrarlanabilirlik Kontrolü :
  - 1- Her örnekle paralel analiz sonuçlardan tekrarlanabilirlik kontrolü
  - 2-KK örneği ile yapılan paralel analiz sonuçlardan tekrarlanabilirlik kontrolü
- Tekrar Üretilebilirlik Kontrolü:
  - 1- Her örnekle farklı zamanda yapılan analiz sonuçlardan tekrar üretilebilirlik kontrolü
  - 2- KK örneği ile farklı zamanda yapılan analiz sonuçlardan tekrar üretilebilirlik kontrolü

# Hata Kontrolü

- Hata Kontrol diyagramları için gerekli örnekler
- Kalite Kontrol örneği:
- KK örneği belli periyotla analiz edilerek bulunan sonuç KK örneği değeri ile karşılaştırılır.

# Kontrol Limitleri

- Kontrol limitlerini belirlemek için:
- Tekrarlanabilirlik standart sapması belirlenmeli
- Tekrar Üretilebilirlik standart sapması belirlenmeli
- KK örneği ortalama değeri bilinmelidir.



## Shewhart Kontrol Diyagramı

- Kontrol limiti olarak her parametre için 2SD ve 3SD limitleri belirlenir.
- 2SD limiti uyarı limiti olarak değerlendirilir.
- 3SD limiti önlem limiti olarak değerlendirilir.
- Analiz sonucu bulunan değer 2SD limiti içinde ise herhangi bir işlem yapılmaz , 3SD limitini aşarsa proses durdurularak sapmaya yol açan neden araştırılıp bulunarak gerekli düzeltme yapıldıktan sonra üretime devam edilir.

# Kontrol Limitleri

➤ Tekrarlanabilirlik Kontrol Limiti:

2SD sapma limiti:  $r=2.83*SDr$

3SD sapma limiti  $r=3.66*SDr$

➤ Tekrar Üretilebilirlik Kontrol Limiti:

2SD sapma limiti:  $R=2.83*SD_R$

3SD sapma limiti  $R=3.66*SD_R$

➤ Hata Kontrol Grafiği Limitleri:

2SD sapma limiti:  $\pm 2XSD_R$

3SD sapma limiti  $\pm 3XSDr$



.

# Test ve analiz kalite kontrol için kontrol diyagramları

➤ Sewhart kontrol limitleri hesaplama tablosu aşağıda

Table 4 — Factors for computing a range chart					
Factors for computing the central line and action limits <sup>1)</sup>			Factors for computing the warning limits <sup>2)</sup>		
Number of observations in subgroup	Factor for central line	Factor for action limit	Factors for warning limits		
	$d_2$	$D_2$	$d_3$	$D_1(2)$	$D_2(2)$
2	1,128	3,686	0,853	—	2,834
3	1,693	4,358	0,888	—	3,469
4	2,059	4,698	0,880	0,299	3,819
5	2,326	4,918	0,864	0,598	4,054

1) These data are extracted from table 2 of ISO 8258:1991.

2) The factors applied for calculating the warning limits are as follows:

$$D_1(2) = d_2 - 2d_3$$
$$D_2(2) = d_2 + 2d_3$$

Hesaplama için katsayılar ISO 8258-1991 Shewhart Control Charts ISO-5725-6 standardında verilmiştir.

## Örnek: Test ve analiz kalite kontrol için kontrol diyagramı

- ✓ Test ve analiz sonuçlarının kalite kontrol diyagramı için önce test ve analizin performansı metot validasyonu sonuçlarından veya tekrarlanabilirlik çalışması yaparak elde edilir.
- ✓ Daha önce metot validasyonu yapılmamışsa aynı üründen tüm laboratuvar tekrarlanabilirlik koşullarında 20-25 analiz yapılarak sonuçlarından tekrarlanabilirlik standart sapması hesaplanır.
- ✓ Bu veriler kullanılarak kontrol limitleri hesaplanarak, tekrarlanabilirlik kontrol tablosu ve diyagramı oluşturulur.

# Günlük tekrarlanabilirlik Kontrol Tablosu

- ✓ Validasyon sonucu bulunan tekrarlanabilirlik değeri kullanılarak tekrarlanabilirlik limiti  $\%r = 2.83 * \%RSDr$  hesaplanır.

Günlük paralel analiz sonuçları kontrolü için hesaplama tablosu					
%RSD	2.0		% r= 2.83*%RSD		
%r = 2.83*%RSD	5.7				
Analiz No	A	B	ORT	% FARK	KARAR
1	1.59	1.65	1.62	4.2	Uygun
2	2.45	2.56	2.51	4.7	Uygun
3	3.74	3.45	3.60	8.5	Uyarı
4	3.42	3.48	3.45	1.7	Uygun
5	4.54	4.59	4.57	1.1	Uygun
6					
7					
8					
9					
10					

## Günlük tekrarlanabilirlik Kontrol Tablosu

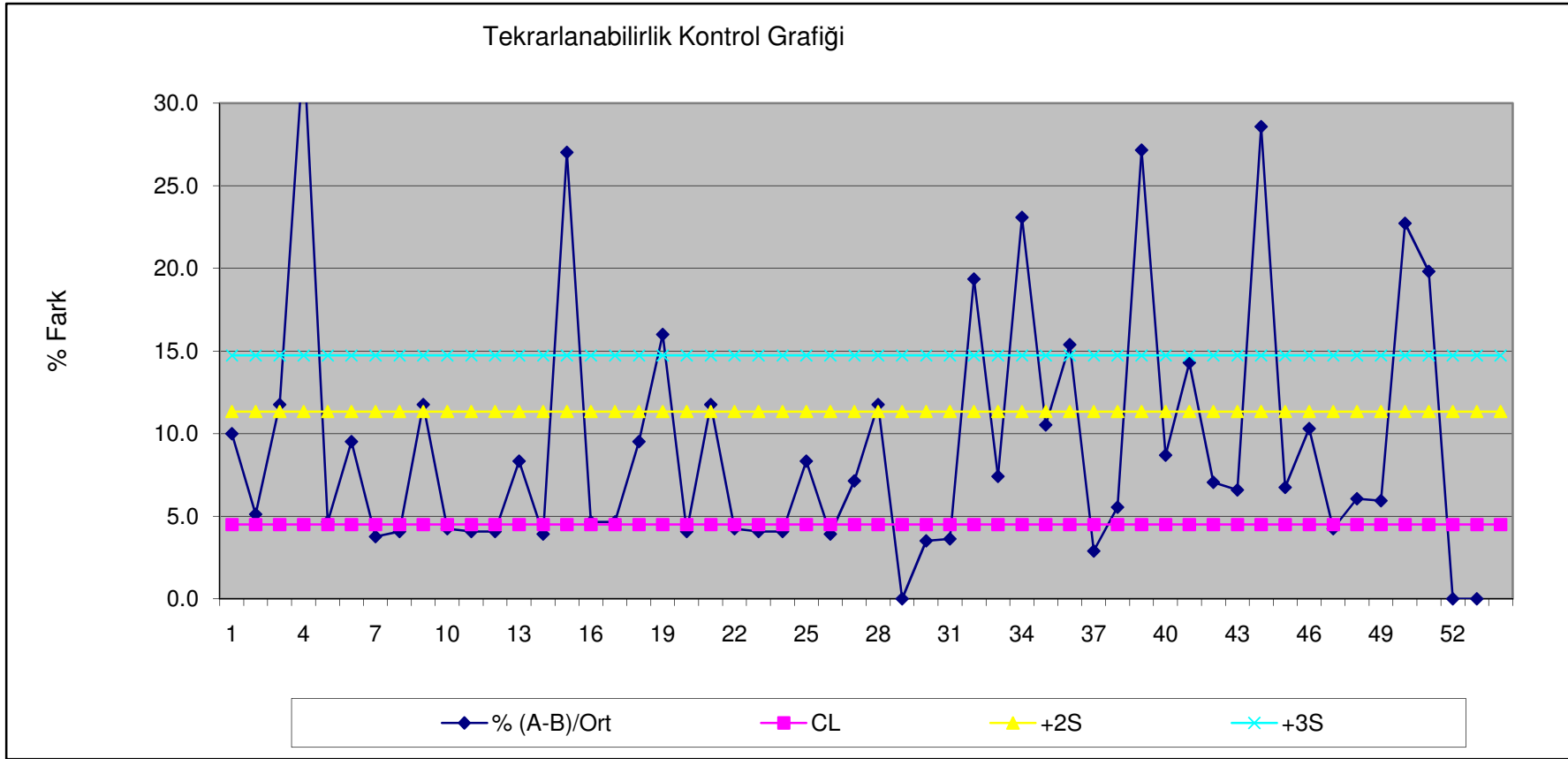
- ✓ Validasyon sonucu bulunan tekrarlanabilirlik değeri kullanılarak tekrarlanabilirlik Uyarı ve eylem limitleri hesaplanır.
- ✓ Uyarı limiti (2SD)  $\%r=2.83*\%RSDr$  hesaplanır.
- ✓ Eylem Limiti ( 3SD)  $\%r=3.69*\%RSDr$

Kontrol Limitleri	
%RSD	<b>4.00</b>
Central Line -d2	1.13
Uyarı Limiti-D2(2)	2.83
Eylem Limiti- D2	3.69
Central Line	5
Uyarı limiti ( $\pm 2S$ )	11
Eylem limiti ( $\pm 3S$ )	15

# Günlük tekrarlanabilirlik Kontrol Tablosu

No	Tarih	Au(A)	Au(B)	% (A-B)/Ort	CL	+2S	+3S	Açıklama	Yapan
1		0.21	0.19	10.0	4.51	11.34	14.74	Uygun	İA
2		0.2	0.19	5.1	4.51	11.34	14.74	Uygun	BA
3		0.18	0.16	11.8	4.51	11.34	14.74	Uyarı	BA
4		0.21	0.15	33.3	4.51	11.34	14.74	Tekrar	İA
5		0.22	0.21	4.7	4.51	11.34	14.74	Uygun	İA
6		0.22	0.2	9.5	4.51	11.34	14.74	Uygun	İA
7		0.26	0.27	3.8	4.51	11.34	14.74	Uygun	BA
8		0.24	0.25	4.1	4.51	11.34	14.74	Uygun	İA
9		0.24	0.27	11.8	4.51	11.34	14.74	Uyarı	İA
10		0.24	0.23	4.3	4.51	11.34	14.74	Uygun	İA
11		0.25	0.24	4.1	4.51	11.34	14.74	Uygun	İA
12		0.25	0.24	4.1	4.51	11.34	14.74	Uygun	BA
13		0.25	0.23	8.3	4.51	11.34	14.74	Uygun	BA
14		0.26	0.25	3.9	4.51	11.34	14.74	Uygun	BA
15		0.21	0.16	27.0	4.51	11.34	14.74	Tekrar	BA

# Günlük Tekrarlanabilirlik Kontrol Grafiği





## Hata Kontrol Grafiđi

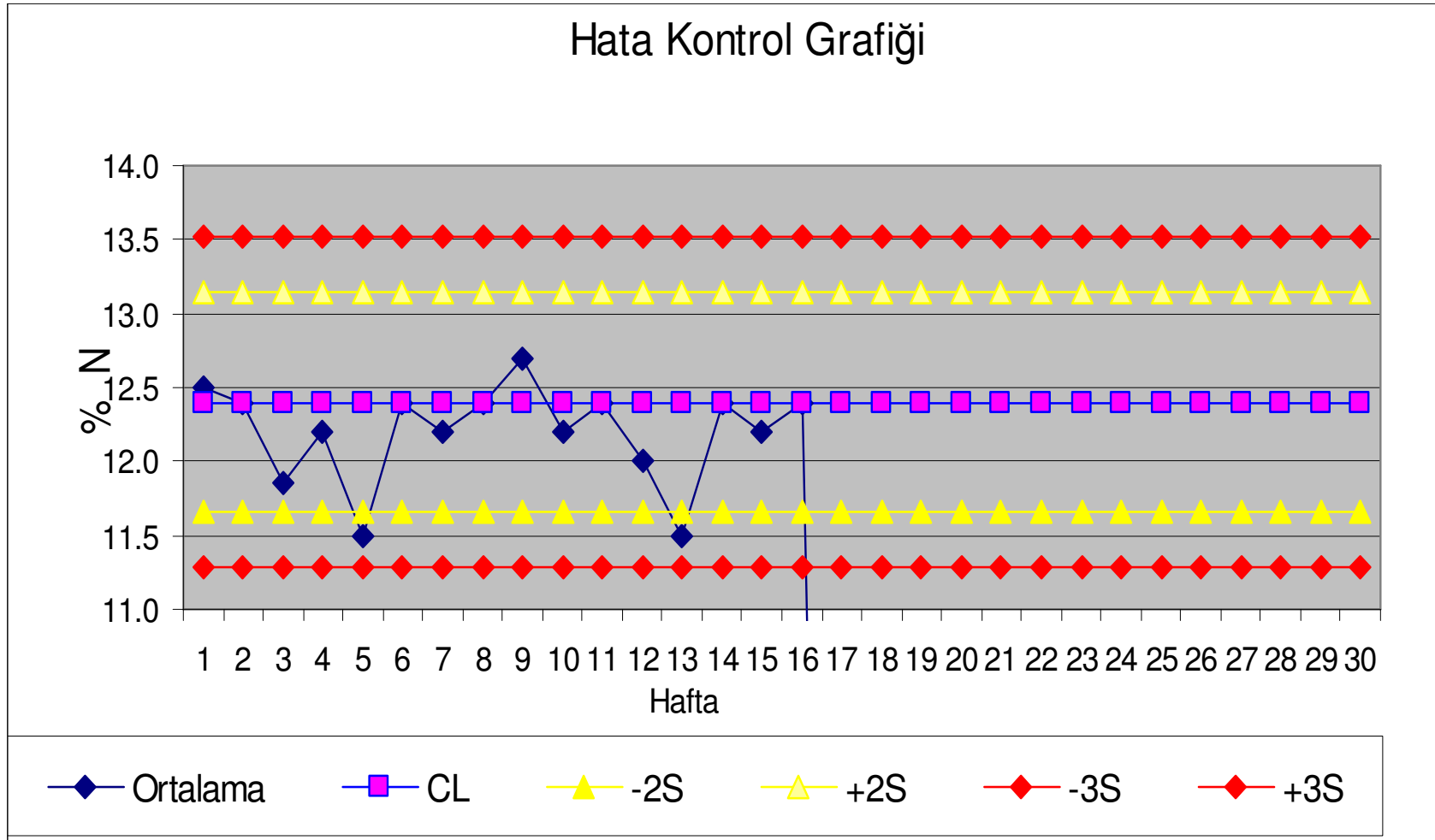
- ✓ Kalite kontrol örneđi referans deđerleri ve Tekrar Üretilebilirlik %RSD deđerleri kullanılarak kalite kontrol grafiđi limitleri hesaplanır.

KK Örnek Referans Deđerleri	12.4		
Tekrar Üretilebilirlik %RSD	3		
Standart Sapma	0.372	ALT LİMİT	ÜST LİMİT
2 XSD	0.744	11.66	13.14
3XSD	1.116	11.28	13.52

# Hata Kontrol Grafiđi Tablo

HATA KALİTE KONTROL TABLOSU									
Kontrol Örneđi Deđeri %		<b>12.4</b>	<b>2S</b>	<b>0.74</b>	2009				
Metot Tekrarlanabilirlik %RSD		<b>2</b>	<b>3S</b>	<b>1.12</b>					
Metot Tekrarl Üretilebilirlik %RSD		3							
No	Tarih	A	B	Ortalama	CL	-2S	+2S	-3S	+3S
1		12.4	12.6	12.5	12.4	11.66	13.14	11.28	13.52
2		12.2	12.6	12.4	12.4	11.66	13.14	11.28	13.52
3		11.8	11.9	11.9	12.4	11.66	13.14	11.28	13.52
4		12.3	12.1	12.2	12.4	11.66	13.14	11.28	13.52
5		11.6	11.4	11.5	12.4	11.66	13.14	11.28	13.52
6		12.6	12.2	12.4	12.4	11.66	13.14	11.28	13.52
7		12.3	12.1	12.2	12.4	11.66	13.14	11.28	13.52
8		12.1	12.7	12.4	12.4	11.66	13.14	11.28	13.52
9		12.8	12.6	12.7	12.4	11.66	13.14	11.28	13.52
10		12.3	12.1	12.2	12.4	11.66	13.14	11.28	13.52

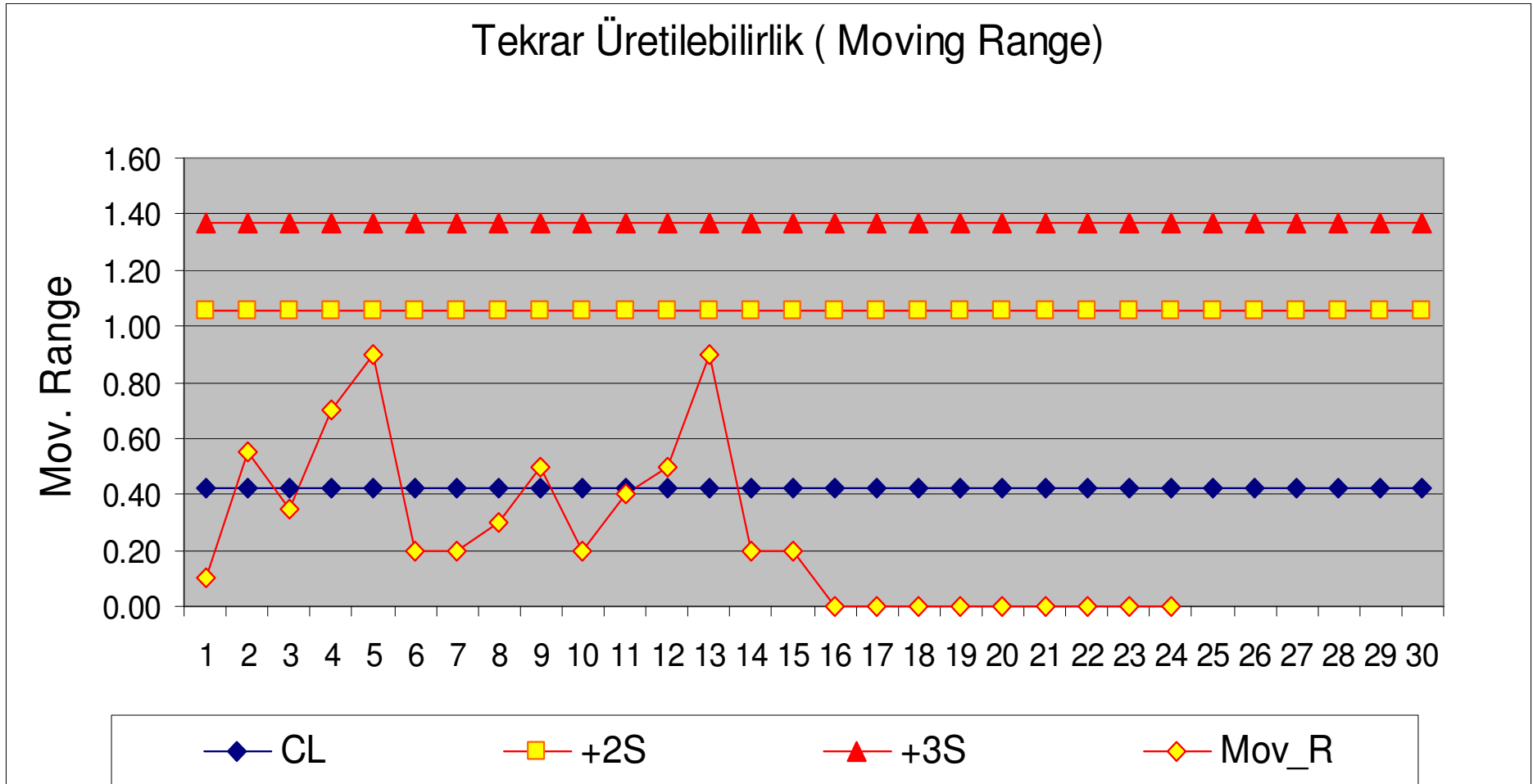
# Hata Kontrol Grafiđi



# Moving range Kontrol Tablo

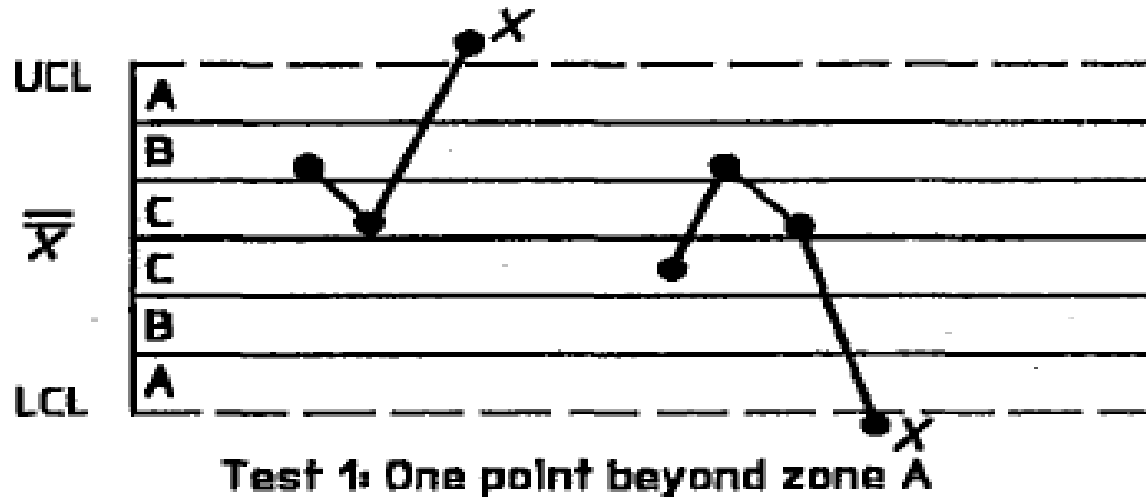
Tekrar Üretilebilirlik ( Moving Range ) Tablosu								
Kontrol Örneği Değeri %		12.4	CL	0.42	2009			
Metot Tekrarlanabilirlik %RSD		2	2S	1.05				
Metot Tekrarl Üretilebilirlik %RSD		3	3S	1.37				
No	Tarih	A	B	Ortalama	Mov_R	CL	+2S	+3S
1		12.4	12.6	12.5		0.42	1.05	1.37
2		12.2	12.6	12.4	0.1	0.42	1.05	1.37
3		11.8	11.9	11.9	0.5	0.42	1.05	1.37
4		12.3	12.1	12.2	0.3	0.42	1.05	1.37
5		11.6	11.4	11.5	0.7	0.42	1.05	1.37
6		12.6	12.2	12.4	0.9	0.42	1.05	1.37
7		12.3	12.1	12.2	0.2	0.42	1.05	1.37
8		12.1	12.7	12.4	0.2	0.42	1.05	1.37
9		12.8	12.6	12.7	0.3	0.42	1.05	1.37
10		12.3	12.1	12.2	0.5	0.42	1.05	1.37

# Tekrar Üretilebilirlik ( Moving Range)



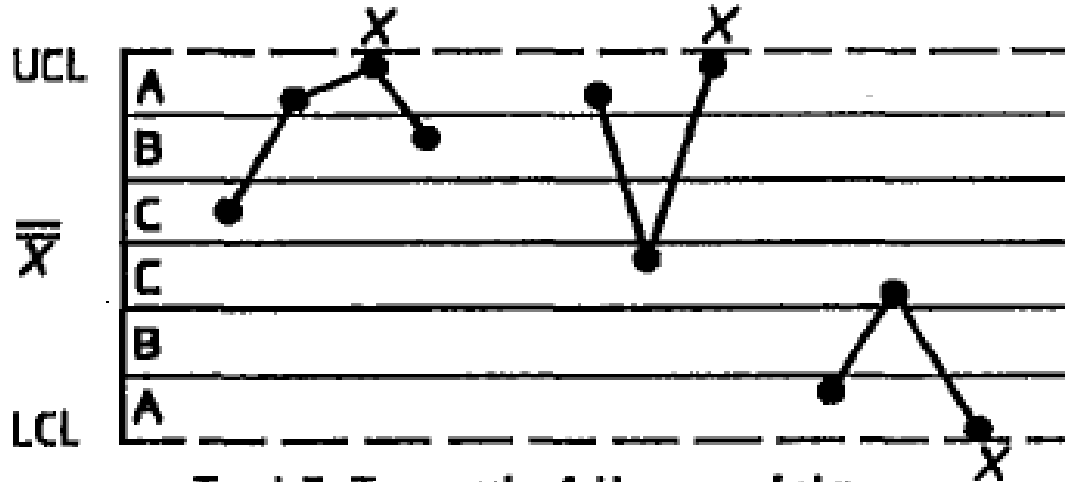
## ✓ KK Grafiklerinin Yorumu (Kontrol Kuralı)

- ✓ Kontrol limit (3XSD):
- ✓ Bir analiz sonucu kontrol limitini aşarsa kontrol analiz tekrar edilir.
- ✓ Eğer tekrar analiz sonucu uygun çıkarsa analiz devam edilir.
- ✓ Eğer tekrar analiz sonucu tekrar limit dışı ise analize ara verilir problem nedeni belirlenip giderildikten sonra analize devam edilir.



## ✓ KK Grafiklerinin Yorumu (Kontrol Kuralı)

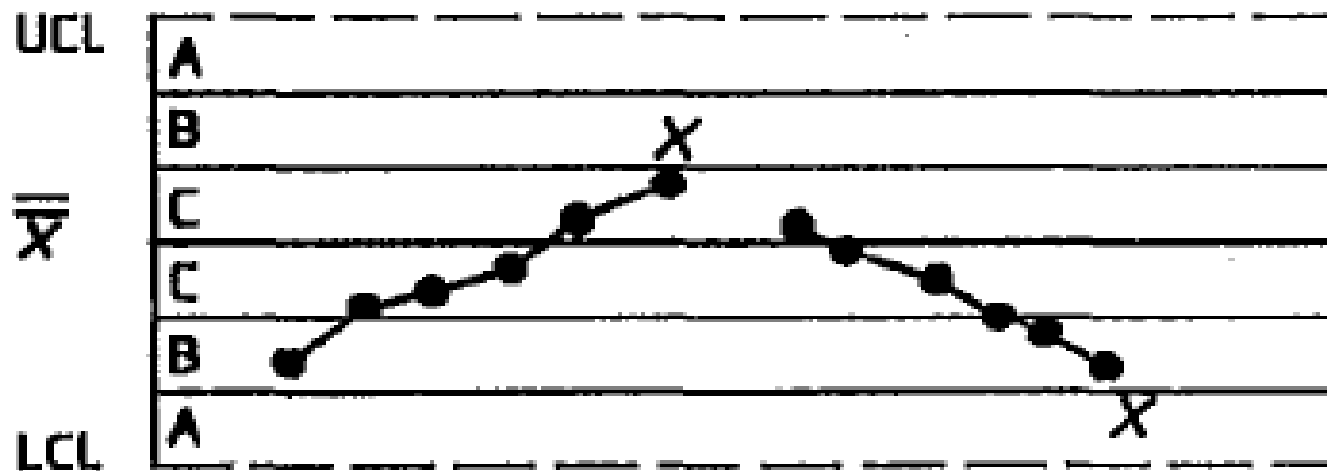
- ✓ Uyarı Limiti ( 2XSD) Warning limit:
- ✓ Arka arkaya üç analizden ikisi uyarı limiti dışında çıkarsa tekrar bir kontrol analizi yapılır.
- ✓ Eğer tekrar analiz sonucu uygun çıkarsa ( WL içinde ise) analiz devam edilir.
- ✓ Eğer tekrar analiz sonucu tekrar limit dışı ise analize ara verilir problem nedeni belirlenip giderildikten sonra analize devam edilir.



**Test 5: Two out of three points  
in a row in zone A or beyond**

## ✓ KK Grafiklerinin Yorumu (Kontrol Kuralı)

- ✓ Kayma (Trending) —Arka arkaya 6 kontrol sonucu bir yönde sürekli kayma gösteriyorsa analize ara verilip problem giderildikten sonra analize devam edilir.



**Test 3: Six points in a row steadily increasing or decreasing**



# Referans Kaynaklar:

- ✓ ISO 8258-1991 Shewhart Control Charts
- ✓ ISO 7870 Control Charts-General Guide and introduction
- ✓ ISO 7873 Control charts for arithmetic average with warning limits
- ✓ ISO 7966 Acceptance control charts
- ✓ ISO 5725-6 Accuracy of measurement methods and results