



# ATIK SUDA KOİ TAYİNİ YETERLİLİK TESTİ RAPORU

Rapor No: KAR-G3RM-120.2022.01  
(Rev.00)

Hazırlayan: Dr. Fatma AKÇADAĞ

**TÜBİTAK UME**  
**Referans Malzemeler Laboratuvarı**

16.05.2022  
Gebze/KOCAELİ

Bu yeterlilik testi çalışması “ISO/IEC 17043: 2010 Conformity Assessment - General Requirements for Proficiency Testing” standardına uygun olarak TÜBİTAK UME Referans Malzemeler Laboratuvarı tarafından düzenlenmektedir.

**Yazışma adresi**

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME)  
Referans Malzemeler Laboratuvarı  
P.K. 54 41470 Gebze KOCAELİ  
T (262) 679 50 00 F (262) 679 50 01  
www.ume.tubitak.gov.tr

**Koordinatör**

Dr. Fatma AKÇADAĞ  
e-posta:ume.yeterliliktesti@tubitak.gov.tr

**Teknik Komite**

Fatma AKÇADAĞ ve Lokman LİV



Dr. Alper İŞLEYEN

**Referans Malzemeler Laboratuvarı Sorumlusu**

## İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ .....	4
2. ÇALIŞMANIN AMACI .....	5
3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI.....	5
4. KULLANILAN METOTLAR .....	5
5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI.....	5
6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	6
7. AÇIKLAMA, GÖRÜŞ VE YORUMLAR .....	9
8. REFERANSLAR.....	9

## TABLolar

Tablo 1. Atık suda KOİ tayin sonuçları ve kullanılan metotlar .....	7
Tablo 2. Atık suda KOİ tayini z skoru dağılımları .....	8
Tablo 3. Sonuçların dağılımı.....	8

## ŞEKİLLER

Şekil 1. Atık suda KOİ tayini z skorları .....	8
--	---

## 1. GİRİŞ

Son yıllarda çevre korumaya yönelik çalışmalar önemli oranda artış göstermiştir. Özellikle doğal yaşamın sürdürülmesinde suyun önemi tartışılmaz bir gerçektir. Diğer yandan sanayileşmenin hızla artması ile doğal su kaynaklarının hızla kirlenmesi bu kaynakların korunmasının önemini artırmıştır. Doğal su kaynaklarının kirliliğinin kontrol altında tutulması ve atık su kaynaklarının sıkı bir şekilde denetlenmesi amacıyla ulusal ve uluslararası yasal düzenlemeler yapılmıştır. Doğal su kaynaklarının ve atık suların kontrol ve izlenmesi, çevre analiz laboratuvarlarına büyük sorumluluklar getirmektedir.

Bir laboratuvarın yaptığı test ve ölçümlerin güvenilirliği, yaptığı ölçümlerin kalitesi ile belirlenir. Ölçüm kalitesi ise ölçüm sonuçlarının doğruluğu ve tekrarlanabilirliği ile doğru orantılıdır. Laboratuvar yeterlilik testleri, test ve ölçüm yapan laboratuvarların performansının belirlenmesinde önemli bir araçtır ve laboratuvarın kendi performansını diğer laboratuvarlarla karşılaştırma olanağı sağlar.

Bir laboratuvarın belli bir analizi yapmadaki yeterliliğini kanıtlamasının diğer bir yolu ise laboratuvarın bağımsız kurumlar tarafından akreditasyonudur. Laboratuvar akreditasyonu sırasında laboratuvarın yeterlilik testlerinden elde ettiği sonuçlar da değerlendirmelerde kullanılmaktadırlar.

TÜBİTAK UME Kimya Grubu Laboratuvarları yeterlilik testlerinin önemini göz önüne alarak laboratuvarlarda yapılan analitik ölçümlerin performansını belirlemek amacıyla yeterlilik testi çalışmaları organize etmektedir. Atık Suda Kimyasal Oksijen İhtiyacı Tayini ile ilgili yeterlilik testleri düzenlenmesine ilk kez 2003 yılında başlanmıştır.

Bu çevrimde çalışmaya katılmayı bildiren 23 laboratuvara numuneler 18 Nisan 2022 tarihinde kargo ile gönderilmiş ve laboratuvarlardan analiz sonuçlarını 30 Nisan 2022 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

## 2. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada, atık su örneklerinde kimyasal oksijen analizi yapan çevre laboratuvarlarının analiz performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır.

## 3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI

Test örneği olarak potasyum hidrojen ftalat (KHP) eklenerek hazırlanmış olan su kullanılmıştır. Hazırlanan test örneğine kararlı olması için sülfürik asit ( $\text{pH} \leq 2$ ) ilave edilip ve (2 – 4) h karıştırılarak homojen hale gelmesi sağlanmıştır. Hazırlanan test örneği daha önceden temizlenmiş 250 ml şişelerde paketlenerek çalışmaya katılmayı bildiren şişelerde paketlenerek çalışmaya katılmayı bildiren 23 laboratuvara 18 Nisan 2022 tarihinde kargo ile gönderilmiştir.

Çalışmanın amacı, organizatörler, çalışmaya katılım koşulları, test örneği hakkında bilgi, çalışma programı, tayin edilecek parametreler, kullanılacak metotlar, sonuçların raporlanması ve çalışmanın gizliliği ile ilgili esasları içeren çalışma protokolü <https://interaktif.ume.tubitak.gov.tr/yt> adresinde yayınlanmıştır. Katılımcı laboratuvarlardan, çalışmalarını bu protokole uygun olarak yürütmeleri istenmiştir.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilmiştir. Laboratuvarların test örneğini analiz ederek sonuçları 30 Nisan 2022 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

## 4. KULLANILAN METOTLAR

Laboratuvarların test metodu olarak laboratuvarlarında rutin analizlerde uyguladıkları metotları kullanarak test örneğini analiz etmeleri istenmiştir. Analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilmektedir.

Bu çalışmada, farklı deney ve ölçüm metotlarına göre değerlendirme yapılmamıştır. Katılımcıların ölçümlerde kullandıklarını bildirdikleri metotlar Tablo 1'de verilmiştir.

## 5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI

Katılımcı laboratuvarlardan ölçüm sonuçlarının ortalamasını, belirsizlik hesaplamasının yapılması durumunda belirsizlik değerlerini, yapılmadığı durumda standart sapma değerlerini, analizlerde kullandıkları cihaz ve metodu kendilerine verilen firma ID ve şifresini kullanarak <https://interaktif.ume.tubitak.gov.tr/yt> adresinde girmeleri istenmiştir.

## 6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada, atanmış değer katılımcı laboratuvar sonuçlarının medianı alınarak belirlenmiştir. Bu çalışmada sonuçların yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma değeri ise katılımcı sonuçlarından belirlenmiştir.

Katılımcı laboratuvarların z skoru değerleri aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanır.

$$Z = \frac{X - X_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

Burada,

$X_{pt}$  : atanmış değer(ler)

$x$  : katılımcı laboratuvar sonucu

$\sigma_{pt}$  : yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma

$|z| \leq 2$  “uygun” performansı ve sonuçların kabul edilebilir olduğunu belirtir.

$2 < |z| < 3$  “sorgulanabilir” performansı ve bir uyarı sinyali oluştuğunu belirtir.

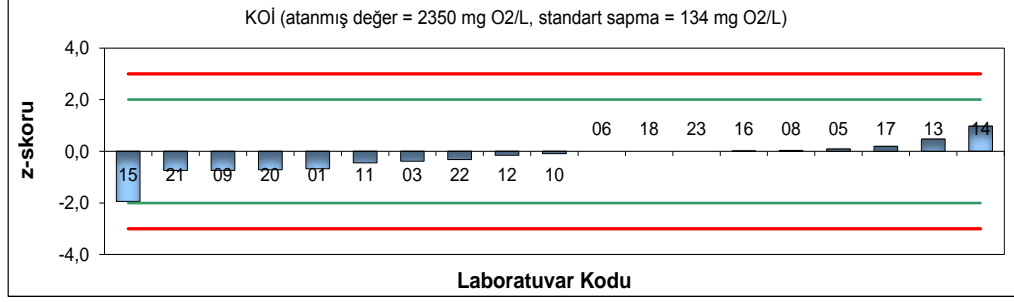
$|z| \geq 3$  “uygun olmayan” performansı ve bir işlem sinyali oluştuğunu belirtir.

Laboratuvar sonuçları Tablo 1’de, z skorlarının grafiksel değişimleri ise Şekil 1’de verilmiştir.

Tablo 2’de z skor dağılımları, Tablo 3’te de sonuçların dağılımı verilmiştir.

**Tablo 1.** Atık suda KOİ tayin sonuçları ve kullanılan metotlar

Lab. Kodu	Atanmış değer = 2350 mg O <sub>2</sub> /L				
	Standart sapma = 134 mg O <sub>2</sub> /L				
	Sonuç (mg O <sub>2</sub> /L)	s (mg O <sub>2</sub> /L)	Belirsizlik (mg O <sub>2</sub> /L)	z skoru	Kullanılan Metot
01	2260	-	-	-0,7	SM 5220 B
02	-	-	-	-	-
03	2299	-	-	-0,4	SM 5220 B
04	2495,8	-	-	1,1	TS 2789
05	2361,6	-	-	0,1	SM 5220 B
06	2350	-	-	0,0	SM 5220 B
07	2800	-	176,4	3,4	SM 5220 B
08	2353	15,76	15,76	0,0	TS 2789
09	2250,24	-	-	-0,7	-
10	2337,5	-	490,88	-0,1	AKCL/AK-019
11	2290	-	-	-0,4	SM 5220 B-açık reflux metodu
12	2330	-	-	-0,1	SM 5220 B
13	2414	75,33	363,109	0,5	TS 2789
14	2480	-	-	1,0	Spektrofotometrik Metot
15	2090	-	-	-1,9	SM 5220 D
16	2352	-	-	0,0	SM 5220 B ve SM 5220 C
17	2374,9	16,3	97,5	0,2	SM 5220 D
18	2350	-	-	0,0	SM 5220 B
19	-	-	-	-	-
20	2254,25	-	-	-0,7	SM 5220 B
21	2250	-	330	-0,7	SM 5220 B
22	2308	56	72	-0,3	matriks TR-COD
23	2350	-	-	0,0	SM 5220 B



**Şekil 1.** Atık suda KOİ tayini z skorları

**Tablo 2.** Atık suda KOİ tayini z skoru dağılımları

	$ z  \leq 2,0$		$2,0 <  z  < 3,0$		$ z  \geq 3,0$		Laboratuvar Sayısı
	Laboratuvar Sayısı	%	Laboratuvar Sayısı	%	Laboratuvar Sayısı	%	
KOİ	20	95	-	-	1	4,8	21

**Tablo 3.** Sonuçların dağılımı

	KOİ
Katılımcı sayısı (n)	21
Median (mg O <sub>2</sub> /L)	2350
Ortalama değer (mg O <sub>2</sub> /L)	2350
Atanmış değer (mg O <sub>2</sub> /L)	2350
YT değerlendirmesi için standart sapma (mg O <sub>2</sub> /L)	134
Maksimum değer (mg O <sub>2</sub> /L)	2800
Minimum değer (mg O <sub>2</sub> /L)	2090
Dağılım aralığı (Maks-Min) (mg O <sub>2</sub> /L)	710



## 7. AÇIKLAMA, GÖRÜŞ VE YORUMLAR

Bu çalışmada başvuruların alınması, web sayfasının düzenlenmesi, örneklerin temin edilmesi, hazırlanması, şişelenmesi, paketlenmesi ve gönderilesinde emeği geçen tüm TÜBİTAK UME çalışanlarına, bursiyer ve stajyerlere teşekkür ederiz.

## 8. REFERANSLAR

1. ISO/IEC 17043: 2010, Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing
2. ISO 13528: 2015, Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons
3. ISO/IEC 17025: 2017, General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
4. Farrant, T., Practical Statistics for the Analytical Scientist, RSC, 1997
5. Lawn, R.E., Thompson, M. and Walker F, R., Proficiency Testing in Analytical Chemistry, RSC, 1997
6. Thompson, M., Ellison, S.R. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, Pure & Appl. Chem., Vol. 78, No. 1, p. 145-196, 2006
7. Atık Suda KOİ Tayini Yeterlilik Testi Protokolü , 2021