



ATIK SUDA KOİ TAYİNİ YETERLİLİK TESTİ RAPORU

Rapor No: KAR-G3RM-120.2023.02
(Rev.00)

Hazırlayan: Dr. Fatma AKÇADAĞ

TÜBİTAK UME
Referans Malzemeler Laboratuvarı

13.11.2023
Gebze/KOCAELİ

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

İletişim Bilgileri

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME)

TÜBİTAK Gebze Yerleşkesi

Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. No: 1

41470 Gebze / KOCAELİ

T +90 262 679 5000 - 6400 veya 6209

<https://pt.ume.tubitak.gov.tr>

e-posta: ume.yeterliliktesti@tubitak.gov.tr

Koordinatör: Fatma AKÇADAĞ

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. Katılımcı laboratuvarların ölçüm sonuçlarının 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 16 laboratuvara numuneler 11 Ekim 2023 tarihinde kargo ile gönderilmiş ve laboratuvarlardan analiz sonuçlarını 28 Ekim 2023 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

2. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada, atık su örneklerinde kimyasal oksijen analizi yapan çevre laboratuvarlarının analiz performansların 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 16 laboratuvara 11 Ekim 2023 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://pt.ume.tubitak.gov.tr> 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 28 Ekim 2023 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

4. KULLANILAN METOTLAR

Laboratuvarların test metodu olarak, rutin olarak uyguladıkları metotları kullanarak ölçümleri gerçekleştirmeleri istenmiştir. Ölçümlerin rutin olarak yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilmektedir. Katılımcı laboratuvarların ölçümlerde kullandıklarını bildirdikleri metot lgileri Tablo 1’de verilmiştir.

Bu çalışmada, farklı deney ve ölçüm metotlarına göre değerlendirme yapılmamıştır.

5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI

Katılımcı laboratuvarlardan ölçüm sonuçlarının ortalamasını, standart sapma değerlerini, belirsizlik hesaplamasının yapılması durumunda belirsizlik değerlerini, ölçümlerde kullanılan cihaz ve metot bilgilerini <https://pt.ume.tubitak.gov.tr> adresine kayıt oldukları e-posta ve şifre ile giriş yaparak “Yeterlilik Testeri İşlemleri” kısmında “Sonuç Girişi” alanından girmeleri istenmiştir.

6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada, atanmış değer katılımcı laboratuvar sonuçlarının medianı alınarak belirlenmiştir. Bu çalışmada sonuçların yeterlilik testi değerlendirilmesi için standart sapma değeri ise atanmış değerlerin % 7,5'i alınarak belirlenmiştir.

Bu çalışmada katılımcı laboratuvar performansları z skoru hesaplanarak belirlenir. Katılımcı laboratuvarların z skoru değerleri aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanır.

$$z_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

Burada,

x_{pt} : atanmış değer

x_i : katılımcı laboratuvar sonucu

σ_{pt} : yeterlilik testi değerlendirilmesi için standart sapma

$|z| \leq 2,0$ "uygun" performansı ve sonuçların kabul edilebilir olduğunu belirtir.

$2,0 < |z| < 3,0$ "sorgulanabilir" performansı ve bir uyarı sinyali oluştuğunu belirtir.

$|z| \geq 3,0$ "uygun olmayan" performansı ve bir işlem sinyali oluştuğunu belirtir.

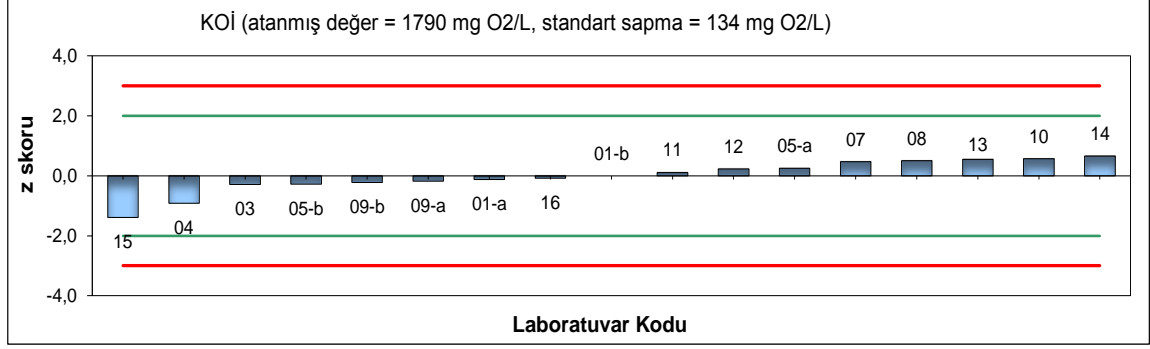
Laboratuvar sonuçları Tablo 1'de, z skorlarının grafiksel değişimleri ise Şekil 1'de verilmiştir.

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

Bu çalışmaya katılan iki laboratuvar sonuç bildirmemiştir, 01, 05 ve 09 kodlu üç laboratuvarlar da farklı metotlar ile sonuç bildirmişlerdir. Farklı metotlar ile raporlanan sonuçlar da değerlendirilmiş ve performanları belirlenmiştir.

Tablo 1. Atık suda KOİ tayin sonuçları ve kullanılan metotlar

Lab. Kodu	Atanmış değer = 1790 mg O ₂ /L				
	Standart sapma = 134 mg O ₂ /L				
	Sonuç (mg O ₂ /L)	s (mg O ₂ /L)	Belirsizlik (mg O ₂ /L)	z skoru	Kullanılan Metot
01-a	1774,13	-	-	-0,1	TS-2789-EK-A
01-b	1790	-	-	0,0	TS-2789-EK-A Metodu-Açık Reflaks Metodu
02	-	-	-	-	-
03	1751	3,56	-	-0,3	DR LANGE
04	1666,67	56,57	% 4,10	-0,9	SM 5220 C
05-a	1824	-	-	0,3	SM 5220 B
05-b	1753	-	-	-0,3	TS 2789
06	-	-	-	-	-
07	1852,5	-	-	0,5	sm 5220 b
08	1857,5	-	-	0,5	TS 2789 Ek A
09-a	1765,8	57,01	-	-0,2	ISO 15705, Spektrofotometrik Metot
09-b	1760	-	-	-0,2	SM 5220 B
10	1866,07	7,22	128,2	0,6	TS 2789-Ek A
11	1805	12	25	0,1	Matriks Test kiti
12	1820	70	105	0,2	SM 5220 B
13	1864	-	-	0,6	SM 5220 D
14	1878,36	-	-	0,7	SM 5220 D
15	1604	-	-	-1,4	ISO 6060
16	1778,87	3,37	208,306	-0,1	SM 5220 B



Şekil 1. Atık suda KOİ tayini z skorları

Tablo 2. Atık suda KOİ tayini z skoru dağılımları

	z ≤ 2,0		2,0 < z < 3,0		z ≥ 3,0		Sonuç Sayısı
	Sonuç Sayısı	%	Sonuç Sayısı	%	Sonuç Sayısı	%	
KOİ	17	100	-	-			17

Tablo 3. Katılımcı laboratuvarların ölçüm sonuçlarının dağılımı

Atık su	KOİ
Sonuç sayısı (n)	17
Median (mg O ₂ /L)	1790
Ortalama değer (mg O ₂ /L)	1789
Atanmış değer (mg O ₂ /L)	1790
YT değerlendirmesi için standart sapma (mg O ₂ /L)	134
Maksimum değer (mg O ₂ /L)	1878,36
Minimum değer (mg O ₂ /L)	1604
Dağılım aralığı (Maks-Min) (mg O ₂ /L)	274

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.

05-a ve 05-b kodlu laboratuvarın z skoru < 2 olması ve başarılı performans elde etmesine rağmen raporlanan ölçüm belirsizliklerinin yüksek olduğu

8. REFERANSLAR

1. ISO/IEC 17043: 2023, Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing Providers
2. ISO 13528: 2022, 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 10 Mart 2023