



ATIK SUDA TOPLAM KJELDAHL AZOTU VE TOPLAM AZOT TAYİNİ YETERLİLİK TESTİ RAPORU

Rapor No: KAR-G3RM-9900-03.2022.01
(Rev.00)

Hazırlayan: Dr. Fatma AKÇADAĞ

TÜBİTAK UME
Referans Malzemeler Laboratuvarı

24.10.2022
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, Nail ERDOĞAN*, Turgay AKYOL* ve Gökhan AKTAŞ

* TÜBİTAK MAM



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.....	7
7. AÇIKLAMA, GÖRÜŞ VE YORUMLAR	11
8. REFERANSLAR.....	11

TABLolar

Tablo 1. Atık suda toplam Kjeldahl azotu ve toplam azot tayininde kullanılan metotlar	6
Tablo 2. Atık suda toplam Kjeldahl azotu ve toplam azot tayini sonuçları	8
Tablo 3. Atık suda toplam Kjeldahl azotu ve toplam azot tayini z skoru dağılımları.....	10
Tablo 4. Ölçüm sonuçlarının dağılımı	10

ŞEKİLLER

Şekil 1. Atık suda toplam Kjeldahl azotu tayini z skorları	9
Şekil 2. Atık suda toplam azot tayini z skorları.....	9

1. GİRİŞ

Su, dünyada bol miktarda bulunan ve günlük hayatta hem insanların, hem de diğer canlıların hayati fonksiyonlarını sürdürmelerini sağlayan yaşam için vazgeçilmez olan bir kaynaktır. Besinlerin sindirilmesinde, emilim ve hücrelere taşınmasında, hücre, organ ve dokuların düzenli çalışmasında, zararlı maddelerin vücuttan atılmasında, vücut ısısının dengelenmesinde su rol almaktadır.

Su kaynaklarının korunması ve suyun kirlenmesine karşı alınacak önlemler konusunda dikkatli olunmasını gerekir. Atık suların içerdiği zararlı maddeler, alıcı ortamdaki çözünmüş oksijen miktarını azaltarak ekolojik dengeyi olumsuz etkilemekte, kirlenmiş yüzeysel suların kalitesi düşürmektedir. Azot ve fosfor mikroorganizmaların büyümesi için gereklidir. Azot, proteinlerin sentezi için temel yapı taşı olduğundan, atık suların biyolojik yollarla tasfiyesinde azot derişiminin bilmesi gerekir. Suyun azot miktarı az ise, tasfiye için dışarıdan azot ilavesi gerekebilir. Aksine, eğer, yüzeysel sulara verilen atık su deşarjları sebebiyle oluşan alg ve yosunlarının kontrolü istenirse, alıcı ortamlara verilmeden önce, azotun uzaklaştırılması veya miktarının azaltılması gerekir. Atık sularda bulunan azot ve fosfor bileşikleri alıcı ortamlarda alg patlamalarına, oksijen kaybına, balık ölümlerine, biyolojik çeşitliliğin azalmasına yol açmakta, hayvan ve insan sağlığı açısından da olumsuz etki yaratığından azot ve fosforun kontrolü ve deşarjında sınırlandırılması önem kazanmıştır. Bu nedenle de atık sulardaki azot ve fosfor miktarının bilinmesi ve miktarın doğru ve güvenilir olarak ölçülmesi önemlidir.

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.

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 Toplam Kjeldahl Azotu (TKN) ve Toplam Azot (TN) Tayini” ile ilgili yeterlilik testinin düzenlenmesine bu yıl ilk kez başlanmıştır.

Bu dönem düzenlenen çalışmada, çalışmaya katılmayı bildiren 30 laboratuvara 19 Eylül 2022 tarihinde kargo ile gönderilmiş ve laboratuvarlardan analiz sonuçlarını 7 Ekim 2022 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

2. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada, atık suda toplam Kjeldahl azotu ve toplam azot tayini yapan laboratuvarlarının performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır.

3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI

Test örneği olarak ekleme yapılarak hazırlanan su kullanılmıştır. Belirlenen oranlarda ekleme yapılmış su karıştırılarak homojen hale getirilmiş yaklaşık 30 ml su örneği önceden temizlenmiş amber cam şişelerde şişelerde paketlenerek çalışmaya katılmayı bildiren 30 laboratuvara 19 Eylül 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 7 Ekim 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. Katılımcı laboratuvarların ölçümlerde kullandıklarını bildirdikleri metot ve cihaz bilgileri Tablo 1'de verilmiştir.

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

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.

Tablo 1. Atık suda toplam Kjeldahl azotu ve toplam azot tayininde kullanılan metotlar

Lab. Kodu	TKN	TN
	Kullanılan Metot	Kullanılan Metot
02	SM 4500-Norg B	-
03-a	SM 4500 Norg B	TS EN 12260
03-b	-	SM 4500 N-C
04	SM 4500-Norg B	TS 8337 ISO 11261
05	SM 4500 Norg B	Hesaplama Yöntemi
06	SM 4500 Norg B	Hesaplama Metodu (NO ₃ +NO ₂ +TKN)
07	SM 4500 Norg B	-
08	SM 4500 Norg B	SM 4500 NO ₂ -N B, SM 4500 Norg B, TS 6231
09	SM 4500 Norg B	Hesaplama Metodu
10	SM 4500 Norg B	Hesaplama Yöntemi
11	-	4500-N C. Persülfat (Spektrometrik) Metodu
12	SM 4500 Norg B	Hesaplama Yöntemi
13	SM 4500-Norg B	Hesaplama Metodu
14	SM 4500 Norg B	SM 4500 Norg B, SM 4500 NO ₂ B, SM 4500 NO ₃ E
15	SM 4500 norg-B	-
16	SM 4500-Norg B	SM 4500-Norg B, SM 4500-NO ₂ B, SM 4500-NO ₃ E
17	Matriks Kimya TN	Matriks Kimya TN
18	SM 4500-Norg B	-
19	Hesaplama Yöntemi	SM 4500-Norg B
20	TS 7924 EN 25663	-
21	SM 4500 Norg B-C	SM 4500 Norg B-C, SM 4500 NO ₂ B, EPA 352.1
22	SM 4500 Norg B	Hesaplama Yöntemi
23	SM 4500-Norg B Makro Kjeldahl Metodu	İşletme İçi Metot
24	SM 4500 Norg C	SM 4500 N C
25	SM 4500 Norg: B	SM 4500 Norg:B, SM 4500 NO ₃ :E, SM 4500 NO ₂ :B
26	SM 4500 Norg	Hesaplama Yöntemi
27	SM 4500 Norg B	-
28-a	SM 4500-Norg B	TS EN 12260, TS EN ISO 20236
28-b	-	SM 4500 Pj
29	SM 4500 Norg-B	SM 4500 Norg-B, TS 6231, SM 4500 NO ₂ -B
30	SM 4500 Norg B	SM 4500 Norg B, SM 4500 NO ₃ B, SM 4500 NO ₂ B

6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada, atanmış değerler olarak katılımcı laboratuvar sonuçlarının medianı kullanılmıştır. Yeterlilik testi değerlendirilmesi standart sapma değerleri ise atanmış değerlerin % 10'u alınarak belirlenmiştir. Standart sapma değerleri standart metotlara göre belirlenmiştir.

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

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

Burada,

X_{pt} : atanmış değer

X : katılımcı laboratuvar sonucu

σ_{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.

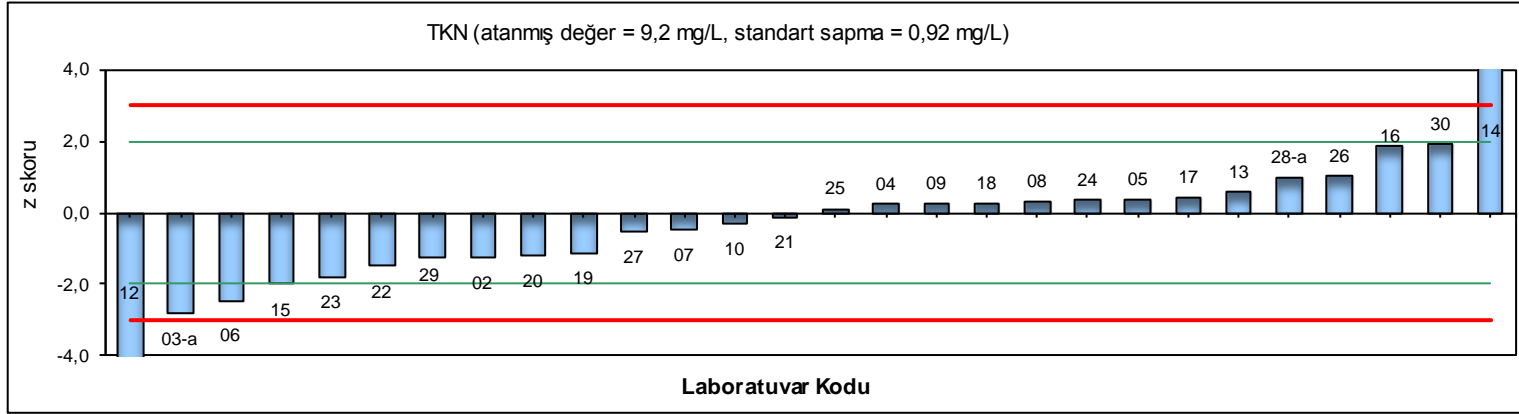
Laboratuvar sonuçları Tablo 2’de, z skorlarının grafiksel değişimi ise Şekil 1 - Şekil 2’de verilmiştir.

Tablo 3’te z skoru dağılımları, Tablo 4’de ise sonuçların dağılımları verilmiştir.

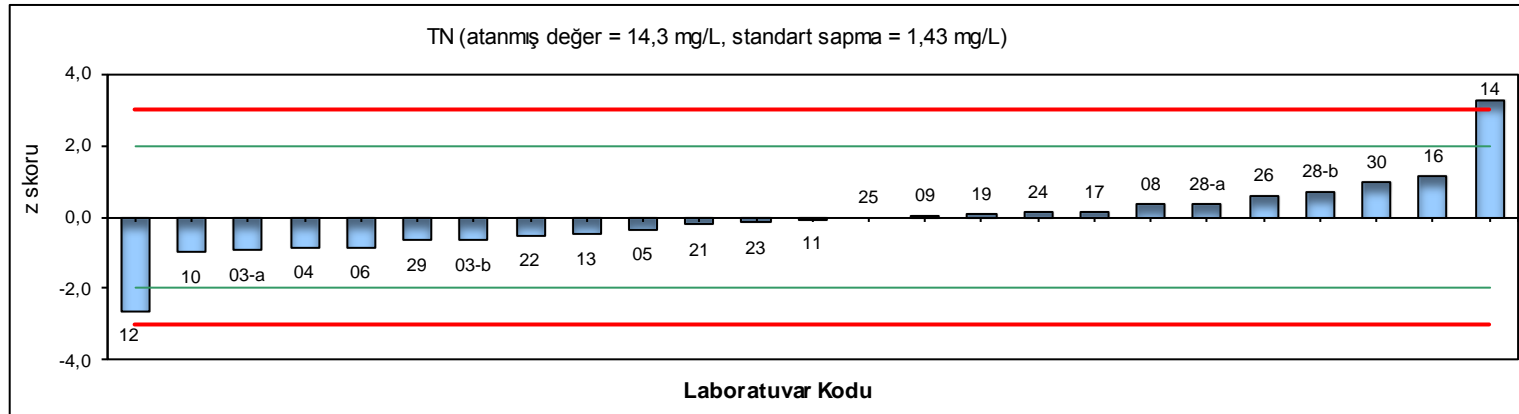
Bu çalışmaya katılan iki laboratuvar farklı metotlar ile sonuç bildirmiş olu bir laboratuvar da sonuç bildirmemiştir.

Tablo 2. Atık suda toplam Kjeldahl azotu ve toplam azot tayini sonuçları

Lab. Kodu	TKN				TN			
	Atanmış değer = 9,2 mg/L				Atanmış değer = 14,3 mg/L			
	Standart sapma = 0,92 mg/L				Standart sapma = 1,43 mg/L			
	Sonuç (mg/L)	s (mg/L)	Belirsizlik (mg/L)	z skoru	Sonuç (mg/L)	s (mg/L)	Belirsizlik (mg/L)	z skoru
02	8,05	-	-	-1,3	-	-	-	-
03-a	6,6	-	-	-2,8	13	-	-	-0,9
03-b	-	-	-	-	13,4	-	-	-0,6
04	9,41	-	-	0,2	13,1	-	-	-0,8
05	9,55	-	-	0,4	13,81	-	-	-0,3
06	6,9	-	-	-2,5	13,1	-	-	-0,8
07	8,76	-	-	-0,5	-	-	-	-
08	9,5	-	-	0,3	14,8	-	-	0,3
09	9,44	-	-	0,3	14,38	-	-	0,1
10	8,9	-	-	-0,3	12,9	-	-	-1,0
11	-	-	-	-	14,26	-	-	0,0
12	5,2	0,47	9,5	-4,3	10,5	0,51	10,2	-2,7
13	9,72	-	-	0,6	13,62	-	-	-0,5
14	13,5	-	-	4,7	19	-	-	3,3
15	7,36	-	4,73	-2,0	-	-	-	-
16	10,92	-	-	1,9	15,92	-	-	1,1
17	9,59	-	-	0,4	14,5	-	0,85	0,1
18	9,44	-	-	0,3	-	-	-	-
19	8,16	-	-	-1,1	14,39	-	-	0,1
20	8,1	-	-	-1,2	-	-	-	-
21	9,08	-	-	-0,1	14	-	-	-0,2
22	7,82	-	-	-1,5	13,58	-	-	-0,5
23	7,56	-	-	-1,8	14,08	-	-	-0,2
24	9,52	-	-	0,3	14,48	-	-	0,1
25	9,3	-	-	0,1	14,3	-	-	0,0
26	10,14	0,5	-	1,0	15,14	0,5	-	0,6
27	8,7	-	-	-0,5	-	-	-	-
28-a	10,1	-	-	1,0	14,8	-	-	0,3
28-b	-	-	-	-	15,3	-	-	0,7
29	8,04	-	-	-1,3	13,37	-	-	-0,7
30	10,95	-	-	1,9	15,68	-	-	1,0



Şekil 1. Atık suda toplam Kjeldahl azotu tayini z skorları



Şekil 2. Atık suda toplam azot tayini z skorları

Tablo 3. Atık suda toplam Kjeldahl azotu ve toplam azot tayini z skoru dağılımları

	$ z \leq 2,0$		$2,0 < z < 3,0$		$ z \geq 3,0$		Sonuç Sayısı
	Sonuç Sayısı	%	Sonuç Sayısı	%	Sonuç Sayısı	%	
TKN	24	86	2	7	2	7	28
TN	23	92	1	4	1	4	25

Tablo 4. Ölçüm sonuçlarının dağılımı

Atık Su	TKN	TN
Sonuç sayısı (n)	28	25
Median (mg/L)	9,2	14,3
Ortalama değer (mg/L)	8,9	14,2
Atanmış değer (mg/L)	9,2	14,3
YT değerlendirmesi için standart sapma (mg/L)	0,92	1,43
Maksimum değer (mg/L)	13,5	19
Minimum değer (mg/L)	5,2	10,5
Dağılım aralığı (Maks-Min) (mg/L)	8,3	8,5

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 ve TÜBİTAK MAM İKLİM DEĞİŞİKLİĞİ VE SÜRDÜRÜLEBİLİRLİK BAŞKAN YARDIMCILIĞI çalışanlarına 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. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, SM 2320 ve SM 2340
8. Atık Suda Toplam Kjeldahl Azotu ve Toplam Azot Tayini Yeterlilik Testi Protokolü, 19 Eylül 2022