

YETERLİLİK TESTLERİ

Fatma AKÇADAĞ

TÜBİTAK-Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) PK. 54 41470 Gebze-KOCAELİ
Tel: 0 262 679 50 00-6400 e-mail:fatma.akcadag@ume.tubitak.gov.tr

ÖZET

Kimyasal ölçümler ve analizler sanayide üretim kontrolünde, ürün kalitesini belirlemede, ticari amaçla ürün sınıflandırmada, uluslararası ticarete teknik engellerin aşılmasında, çevre kontrol amacıyla, sağlık ve tıp alanında hastalıkların teşhis ve tedavisinde, adli tıpta suçlu teşhisinde yaygın olarak yapılmaktadır. Yapılan kimyasal ölçüm veya analiz sonuçlarına dayanarak kararlar verilmektedir. Farklı laboratuvar sonuçları arasında büyük farklar olması bu sonuçlara dayanarak karar vermeyi zorlaştırmakta ve çoğu zaman taraflar arasında anlaşmazlıklara neden olmaktadır. Bu nedenle, yapılan kimyasal ölçüm ve analiz sonucunun doğruluğu, güvenilirliği karşılaştırılabilirliği ve izlenebilirliği büyük önem taşımaktadır. Bir laboratuvarın yaptığı test ve ölçümlerin güvenilirliği, yaptığı ölçümlerin kalitesi ile belirlenir. Ölçüm kalitesi ise ölçüm sonuçlarının doğruluğu ve tekrarlanabilirliği ile doğru orantılıdır.

Laboratuvarların belli bir analiz konusunda yeterli olduklarını kanıtlamak için akredite olmaları ve akredite olan laboratuvarların da yeterliliklerini kanıtlaması için yeterlilik testlerine katılmaları önerilmektedir. Akredite olduktan sonra da belirlenen performansı sürdürdüklerini kanıtlamak için periyodik olarak yeterlilik testi çalışmalarına katılmaları gerekmektedir.

Laboratuvar yeterlilik testleri, test ve ölçüm yapan laboratuvarların performansının belirlenmesinde önemli bir araçtır ve laboratuvarın kendi performansını diğer laboratuvarlarla karşılaştırma olanağı sağlar.

TÜBİTAK-Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) Kimya Grubu Türkiye'deki kimyasal ölçüm ve analiz laboratuvarlarının güvenilirliğini artırmaya yönelik çalışmalar yürütmektedir. Bu kapsamda 2000 yılından beri gıda ve çevre konularında yılda iki kez yeterlilik testi çalışmaları düzenlemektedir.

Düzenlenen bu yeterlilik testi çalışmalarının sonuçlarının laboratuvarların performanslarını değerlendirme ve geliştirme yönünde katkı sağlanması amaçlanmaktadır.

Anahtar sözcükler: Yeterlilik testi, akreditasyon,

1. GİRİŞ

Laboratuvarlar arası karşılaştırmalar birçok amaçlar için yapılır. Bunlar;

- Laboratuvarların belirli test veya ölçümlerde performanslarını belirlemek ve izlemek ve ölçüm performanslarını geliştirmeye teşvik etmek,
- Laboratuvarlardaki problemleri tanımlamak ve cihazların kalibrasyonu ve elemanların performanslarından kaynaklanan problemler için iyileştirici faaliyetlerin başlatılması,
- Yeni test veya ölçüm metodlarının karşılaştırılabilirliğini ve etkinliğini belirlemek ve izlemek için,
- Laboratuvarın müşterilerine karşı ilave güvenilirlik sağlamak,
- Bir metodun performans özelliklerini belirlemek,
- Laboratuvarlar arası farkları tanımlamak,
- Referans madde sertifikasyonu yapmak,

Yeterlilik testleri, laboratuvarlar arası karşılaştırmaların laboratuvarların test veya ölçüm performanslarının belir-

lenmesi için kullanımdır. Laboratuvar yeterlilik testlerinin temel amacının laboratuvar performansını belirlemek olması yanında, yukarıda sayılan amaçlar için de kullanılmaktadırlar.

Yeterlilik testlerine katılmak, laboratuvarların elde ettikleri verilerin güvenilirliklerini değerlendirme ve gösterme olanağı sağlar. Laboratuvarlar arası karşılaştırmaların değişik kullanımının olması ve değişik şekillerde düzenlenmesine ve yapılmasına rağmen, hepsinin genel özelliği bir laboratuvarın elde ettiği test sonuçlarının diğer laboratuvarların elde ettiği sonuçları ile karşılaştırılmasıdır.

Yeterlilik testi çalışmaları, laboratuvar performansını ile ilgili objektif kanıtlar sunar. Laboratuvar sonuçları laboratuvarın kendisi, müşterileri ve akreditasyon kurumlarına performanslarını değerlendirmeleri için gerekli bilgiler verir. Aynı zamanda, laboratuvarın iç kalite kontrol sistemine ek olarak dış kalite kontrol olanağı da sağlar. Test veya kalibrasyon laboratuvarlarının güvenilir sonuçlar elde etmesi laboratuvarlardan hizmet alan kullanıcılar için çok önemlidir.

Çoğu laboratuvar akreditasyon kuruluşları kendi yeterlilik testi çalışmalarını gerçekleştirirken, önemli bir kısım da yeterlilik testi çalışmaları veya diğer laboratuvarlar tarafından yapılan laboratuvarlar arası çalışmaları kullanmaktadır.

Laboratuvarların teknik yeterliliklerini değerlendiren çoğu kuruluşlar, laboratuvarın güvenilir sonuçlar elde ettiğinin önemli bir kanıtı olarak yeterlilik testlerinde yeterli performans göstermelerini beklemektedir.

Laboratuvarların amaçlarına uygun olarak düzenli aralıklarla yeterlilik testi çalışmalarına katılması bazı akreditasyon kurumlarının bir koşuludur. Bu nedenle, bu çalışmaların organizatörlerinin çalışmanın yürütülmesi için gerekli yeterli teknik bilgi ve istatistik prosedürler ve kalite yönetim bilgisine sahip olmalıdır.

TÜBİTAK-Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) Kimya Grubu Türkiye'deki kimyasal ölçüm ve analiz laboratuvarlarının güvenilirliğini artırmaya yönelik çalışmalar yürütmektedir. Bu kapsamda 2000 yılından beri gıda ve çevre konularında yılda iki kez yeterlilik testi çalışmaları düzenlemektedir.

2. ÇALIŞMA PROGRAMI

Herhangi bir yeterlilik testi çalışmanın yapısı aşağıdaki şekilde olmalıdır:

- Numunelerin hazırlanması,
- Numuneler düzenli olarak dağıtımı,
- Sonuçların katılımcılar tarafından raporlanması,
- Sonuçların istatistiksel olarak değerlendirilmesi ve laboratuvarların performanslarının belirlenmesi,
- Katılımcılara sonuçların bildirilmesi,
- Sonuçları kötü olan laboratuvarlara istediklerinde önerilerde bulunulması,
- Koordinatör çalışmanın performansını gözden geçirmesi,
- Sonraki çalışma başlaması,

Test örneklerinin hazırlanması işlemi koordinatör tarafından veya başkası tarafında yapılabilir. Homojenlik, örnekleme, kararlılık, ortam koşulları, taşıma sırasında olabilecek herhangi zararlar ve çevre koşulları gibi laboratuvarlar arası karşılaştırmaların doğruluğunu etkileyecek koşullar göz önünde bulundurulur.

Çalışmada kullanılacak numune, yapı olarak katılımcı laboratuvarların rutin olarak yaptıkları testlere benzer olarak seçilir.

Test örnekleri düzenli aralıklarla katılımcı laboratuvarlara dağıtılır ve katılımcı laboratuvarların test örneklerini analiz ederek sonuçları belli bir süre sonunda göndermeleri istenir. Laboratuvar performans değerlendirme sonuçları ve laboratuvara ait sonuçların gizliliği esastır. Bu nedenle, her laboratuvar sonuç raporunda sadece kendisinin bildiği bir numara ile tanımlanır. Katılımcı laboratuvarlara test örneği ile birlikte çalışmanın amacı, organizatörler, çalışmaya katılım, test örneği, çalışma programı, analiz edilecek parametreler, kullanılacak metotlar, sonuçların raporlanması ve çalışmanın gizliliği esaslarını içeren çalışma protokolü gönderilir. Katılımcı laboratuvarlara, laboratuvarların rutin olarak kullandıkları metotları kullanarak örnekleri analiz etmeleri istenir.

3. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Katılımcı laboratuvarların sonuçları istatistiksel olarak değerlendirilir ve her laboratuvarın z-skoru hesaplanır. z-skoru ölçüm sonucundan ve birimden bağımsız bir dereceleme metodudur. Bu nedenle, farklı metot ve analizlerin sonuçlarını karşılaştırmakta kullanılabilir. Anlaşılması ve yorumlanması kolaydır.

z-skoru aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanır.

$$z = (x-X)/s \quad (1)$$

Burada;

- X : Referans değer
x : Katılımcı laboratuvar sonucu
s : Hedef standart sapma

$|z| \leq 2$ ise analiz uygundur.

$2 < |z| < 3$ ise arası kabul edilebilir, ancak problemin irdelenmesi gerekir.

$|z| \geq 3$ ise analiz kabul edilemez, düzeltici faaliyet uygulanmalıdır.

z-skoru hesaplanmasında kullanılan referans değer ;

- ❖ Bilinen bir değer,
 - ❖ Sertifikalı referans madde,
 - ❖ Referans laboratuvarın (akredite laboratuvar) ölçümü ile,
 - ❖ Katılımcı laboratuvar sonuçlarından, hesaplanabilir.
- Hedef standart sapma değeri ise;

- ❖ Katılımcı sonuçlarından,
- ❖ Sertifikadan,
- ❖ Horwitz eşitliğinden,

$$\% \text{ RSDR} = 2^{(1-0.5 \log C)} \quad (2)$$

Burada,

% RSDR : tekrar gerçekleştirilebilirlik koşullarında bağlı standart sapma $[(s/X) \times 100]$

C : derişim oranı (1 = 100 g/100 g, 0.001 = 1.000 mg/kg)

- ❖ Literatürden, bulunabilir.

Düzenlediğimiz yeterlilik testlerinde verilen yöntemler kullanılarak referans değer ve hedef standart sapma değerleri belirlenmektedir. Değerlendirme işlemi sonucunda katılımcı laboratuvarlara yeterlilik testi çalışması sonuç raporu ve katılım belgesi gönderilerek, katılımcı laboratuvarlar performansları hakkında bilgilendirilir. Raporunda sonuçlar laboratuvar numaraları ile raporlanır.

Tablo 1'de 2000-2005 yılları arasında düzenlenmiş olduğumuz yeterlilik testleri ve katılımcı sayıları verilmiştir.

TABLO 1. 2000-2005 Yılları Arasında Düzenlenen Yeterlilik Testleri

Konu	Parametre	Katılımcı Sayısı	
		I. Tur	II. Tur
2000			
Ure	Azot	25	
2001			
Mısır Ununda	Nem, Kül, Yağ ve Azot	59	60
İç Suyunda Metal Analizi	As, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb ve Zn	22	25
2002			
Mısır Ununda	Nem, Kül, Yağ ve Azot	38	42
İç Suyunda Metal Analizi	Cd, Cr, Cu, Fe, Ni, Pb, ve Zn	10	15
Ayçiçeği Tohumunda Aflatoksin Analizi	B1, B2, G1, G2 ve Toplam Aflatoksin	22	
Yerfıstığında Aflatoksin Analizi	B1, B2, G1, G2 ve Toplam Aflatoksin		22
2003			
Mısır Ununda	Nem, Kül, Yağ ve Azot	38	42
İç Suyunda Metal Analizi	Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, ve Zn	10	15
Antep Fıstığında Aflatoksin Analizi	B1, B2 ve Toplam Aflatoksin	22	
Fındıkta Aflatoksin Analizi	B1, B2, G1, G2 ve Toplam Aflatoksin		22
Atıksu	KOI	21	19
İç Suyunda Anyon Analizi	F-, Cl-, NO ₃ -, PO ₄ -, SO ₄ -	9	8
Pirinç Ununda Metal Analizi	Cd, Cu, Pb ve Zn	9	11
Fuel Oil	Kükürt	3	2
Kömür	Kükürt	6	3
2004			
Mısır Ununda	Nem, Kül, Yağ ve Protein	39	40
Yerfıstığında Aflatoksin Analizi	B & G ve Toplam Aflatoksin	20	
Fındıkta Aflatoksin Analizi	B & G ve Toplam Aflatoksin		22
İç Suyunda Metal Analizi	Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, ve Zn	13	16
İç Suyunda Anyon Analizi	F-, Cl-, NO ₃ -, PO ₄ -, SO ₄ -	4	6
Atıksu	KOI	23	25
Salça	Cd, Cu, Pb ve Zn	9	13
Bal	HMF	24	25
Domates	Klorlu Pestisit	7	11
Ketçap	Benzoat ve Sorbat	11	
Ketçap	Benzoik Asit ve Sorbik Asit		13
2005			
Mısır Ununda	Nem, Kül, Yağ ve Protein	39	
Antep Fıstığı	Aflatoksin B & G ve Toplam	12	
Salça	Cd, Cu, Pb, Sn ve Zn	17	
İç Suyunda Metal Analizi	Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, ve Zn	21	
İç Suyunda Anyon Analizi	F ⁻ , PO ₄ ⁻ , Cl ⁻ , NO ₃ ⁻ ve SO ₄ ⁻	19	
Atık su	KOI	29	
Bal	HMF, Glikoz, Fruktoz ve Sakkaroz	19	
Domates	Klorlu Pestisit	10	
Ketçap	Benzoat ve Sorbat	8	
Alkolsüz İçeceklerde	Kafein ve Benzoat	7	
Ayçiçek Yağı	Kırılma İndisi, Peroksit Sayısı, İyot Sayısı	22	
Ayçiçek Yağı	Yağ Asitleri Kompozisyonu	7	
Alkollü İçeceklerde	Metanol	8	

4. REFERANSLAR

1. ISO GUIDE 43-1 Proficiency Testing by Interlaboratory Comparison
Part 1-Development and Operation of Proficiency Testing Schemas, 1996
2. ISO GUIDE 43-2 Proficiency Testing by Interlaboratory Comparison
Part -2 Selection and Use of Proficiency Testing Schemas by Laboratory Accreditation
Bodies, 1996
3. ISO 17025 General Requirements for The Competence of Testing and Calibration Laboratories, 1999
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. , Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to
fitness for purpose criteria in proficiency testing, Analyst, 2000, 125, 385-386