

UYGULAMA RAPORU

LABORATUVAR ANALİZİ & PROSES ANALİZİ
ANALİTİK KALİTE GÜVENCESİ



Analitik Kalite Güvencesine dayanarak kabul edilen ölçüm sonuçları

Kalite güvencesi ve analiz ayrılmaz bir şekilde birbirine bağlıdır. Ölçülmüş değerlere yüksek sınıflandırmalar sağlamak için, kullanılmakta olan basit → *analitik proses* tipinden (standart/işletme analizi) çok daha fazlası gerekmektedir; münferit çalışma basamaklarına dikkat edilmesi ve alınan → *kalite güvence ölçümleri*, çok daha önemli bir rol oynamaktadır. Üretici, gerçekte, LANGE küvet testlerinin kullanıcıları adına, kalite güvence önlemlerinin önemli bir kısmını gerçekleştirir.

Bunun anlamı, → ilgili *kalite ve parti sertifikalarının* örneğin internette www.hach-lange.com.tr'de her zaman mevcut olmasıdır. Ayrıca, kullanıcılar münferit kalite kontrol önlemleri alırken de desteklenirler – → ADDISTA solüsyonları, temel AKG açısından malzemeler sunar.

Yazar:

Petra Pütz

- Dipl.-Ing. Chemie [Kimya mühendisi]
- HACH LANGE laboratuvar ürünleri uygulaması



LANGE

UNITED FOR WATER QUALITY

Analizde kalite kontrol gerekli midir?

Bugün ürün ve hizmet kalitesi son derece önemlidir. Alıcılar ve kullanıcıların, tedarikçi ve üreticilerden beklentileri vardır. Sunulan ürün ve hizmetlerin kalitesinin birçok defa kontrol edilip belgelendirilmesinin (örneğin ISO 9001:2000'e uygunluk) nedeni budur. Sembolik olarak, analiz sonuçları da, ürün olarak düşünülebilir ve değerlendirilebilecek veya karşılaştırılabilecek şekilde kalitelerini kanıtlamak zorundadırlar. Sonuç verilerinin sorumluluğu, "üreticiye" yani kullanıcılar veya onların denetçilerine aittir. Bu yüzden, yanlış analiz sonuçlarından dolayı yapılan yanlış yorumlamalar ve kararlardan dolayı her ikisi de sorumludur. Analiz prosesinin ilgili konularında uygun kalite kontrol önlemlerini bütünleştirmek, güvenilir analiz sağlar ve sorumluluğun gerçekleştirilmeme riskini en aza indirir.

Ürün kalitesi
+ Uygulama kalitesi
+ Kalite güvence ölçümleri
= Sonuç kalitesi

Laboratuvarda kalite güvencesinin organize edilmesi

Laboratuvarlarda analitik kalite güvencesinin organize edilmesi ve gerçekleştirilmesi, örneğin EN 45 001, ISO CD 13530 ve Almanya'da LAWA [Su konularında Alman çalışma grubu] çalışma broşürleri DWA [Alman Su, Atık su ve Atık Birliği] çalışma broşürü A 704 gibi çok çeşitli uluslararası ve yerel standartla yapılır.

Başlıca hususlar şunlardır:

- Alınacak önlemlerin tanımlanması
- Dahili ve harici kalite güvence ölçümleri
- Analiz sistemi (kontrol ve bakım)
- Laboratuvar personeli (beceri ve eğitim)
- Alınan önlemlerin belgelendirilmesi

Esas amacımız, işletme analizinden elde edilen ölçüm sonuçları için bir örnek kalite standartları tanımlamaktır. İşletme yöntemleri, cihaz ve kimyasal üreticileri ve kullanıcılar için temel koşullar meydana getirecektir. Bu koşullar, tüm kanalizasyon arıtma tesisleri ve endüstriyel atık su atık tesislerine uygulanır.

Kalite kontrolünün yapı taşları

AKG, iki bölüme ayrılabilir:

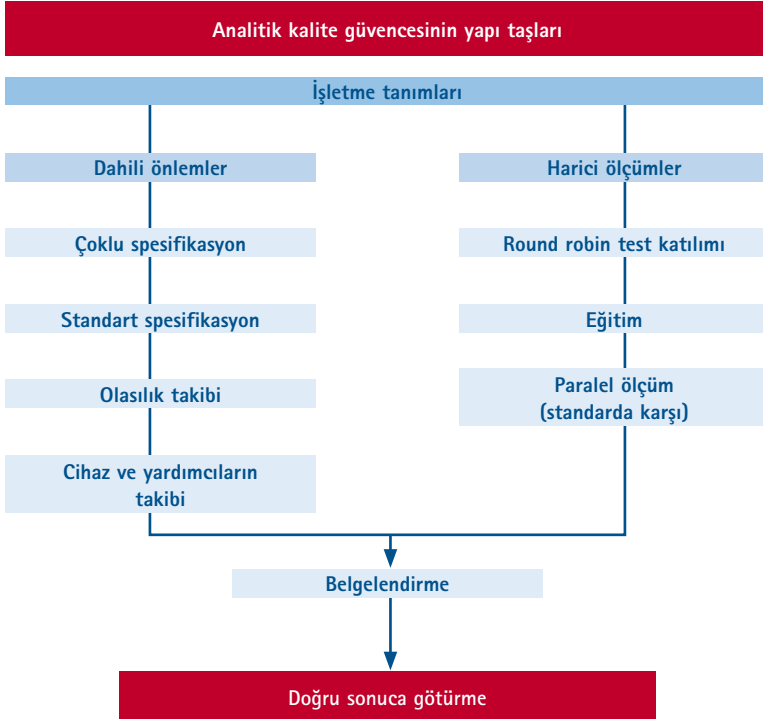
1. Dahili kalite güvencesi

Bu, sahada kullanıcıların kendisi tarafından gerçekleştirilir.

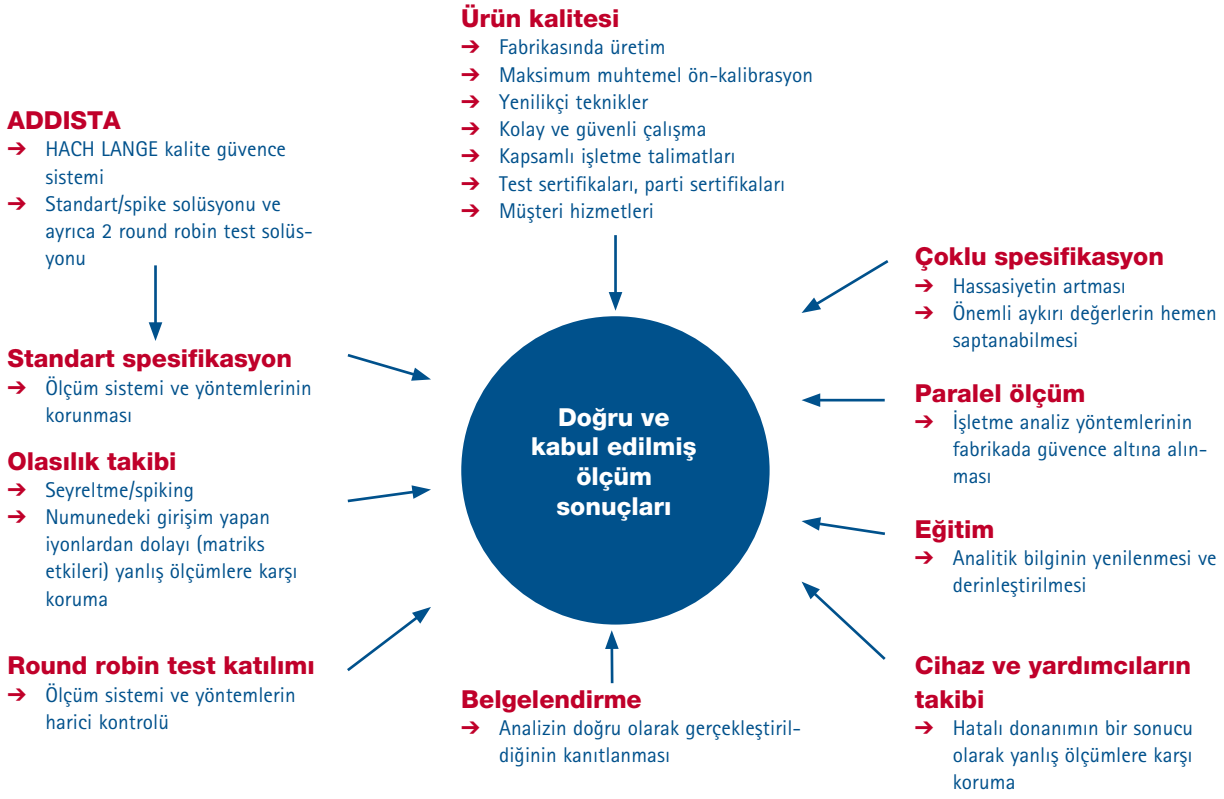
2. Harici kalite güvencesi

Bu, örneğin kullanıcı ve üretici arasındaki veya farklı (işler) laboratuvarlar arasındaki işbirliği sonucu oluşur.

İşletme tanımları (ölçümler, sıklık ve kalite kontrol amaçlarının tanımı), münferit önlemlerin ilgili işletmenin amaçlarına tam olarak uyacak şekilde biçimlendirilmesini sağlar.



Şekil 1: Dahili ve harici kalite güvence ölçümleri



Şekil 2: Çeşitli kalite güvence ölçümleri ve faydaları

ADDISTA

HACH LANGE, analitik kalite güvencesinin münferit yapı taşlarını birleştiren işletme analizi için uygulamaya yönelik bir sistem meydana getirmiştir. Analitik kalite güvence sisteminin temel önlemlerini gerçekleştirmek üzere ADDISTA solüsyonları kullanılabilir. ADDISTA ürünleri, LANGE küvet testleri için uygun olan bir standart/spike solüsyonu ve iki round robin testi solüsyonu içerir. Bu ürün serisi, nütrient proses analiz alanı için bir standart ve bir round robin test solüsyonu içermektedir.

Standart spesifikasyon

Standart bir solüsyonun düzenli analizleri, herhangi bir analitik kalite güvence prosesinin temel çerçevesini meydana

getirir. Bu, içeriği bilinen ve standart bir kontrol kartındaki okumaları belgelendirilen solüsyonların analiz edilmesiyle gerçekleştirilir. Eğer, hesaplanan okumalar, önceden saptanmış bir güven aralığındaysa (ayar değeri civarında izin verilen dağılım), bu, fotometre, küvet testi, pipetler vb gibi aparatların doğru işlediğini ve analizin düzgün bir şekilde yapıldığını teyit etmektedir.

Olasılık takibi

Doğru yöntemler ve donanıma rağmen, numunelerde analizi bozan maddeler bulunabilir (örneğin nitrat tayininde yüksek KOİ konsantrasyonları). Bunlar seyreltme ve spiking vasıtasıyla kontrol edilebilir.

Seyreltme

Numune, örneğin, 1:10, yani 1 ml numune + 9 ml saf suyla, seyreltilir ve sonra çalışma düzenlemesine uygun normal analiz yapılır. Elde edilen bu sonuç, seyreltme faktörü hesaba katıldıktan sonra orijinal numunenin ölçüm sonucuyla karşılaştırılabilir olmalıdır. Seyreltme düzeyi seçilirken ölçüm aralığı sınırlarının izlenmesi önemlidir. Orijinal numunenin ölçüm sonucu, zaten küvet testinin alt ölçüm aralığındaysa, numune spike prosedürüne tabi tutulmalıdır.

Round robin testleri – 20 yıldan fazla bir süredir kullanılmakta



Round robin test solüsyonları A+B ve standart/
spike solüsyon ile ADDISTA laboratuvar analizi



AMTAX, NITRATAX ve PHOSPHAX proses test
donanımı için ADDISTA

Spiking

Burada, numune, spike solüsyonla karıştırılır ve sonra ilgili kuvvet testiyle ölçüm yapılır (E1). Numune buna paralel olarak ayrıca spike solüsyon eklenmeden ölçülür (E2). Seyreltme oranı, aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$\text{Seyreltme oranı} = E1 - E2/2$$

Bu şekilde hesaplanan seyreltme oranı, artık, önceden tayin edilmiş bir güven aralığında olmalıdır (ilgili ADDISTA ambalajının arkasında belirtilir). Bu değer, bu aralığın dışındaysa, numunede girişim yapan iyonlar bulunmaktadır ve uygun bir yöntem kullanılarak geliştirilmelidir (numunenin tipine bağlı olarak seyreltme, parçalama vb). Girişim yapan maddelerin konsantrasyonları da azalacağından, hataları ortadan kaldırmak için kolay yöntem genellikle seyreltmedir.

Round robin test katılımı

Round robin testi, harici kalite güvencesinde önemli bir unsurdur. Dayandığı prensip, özdeş numunelerin, birçok katılımcı tarafından karşılaştırılabilir koşullar altında bağımsız olarak analiz edilmesidir. Münferit katılımcıların işi, münferit sonuçlar kullanılarak değerlendirilebilir. Ayrıca bu proses, analiz prosedürünün hassasiyeti ve doğruluğu hakkında da bilgi verir. Resmi laboratuvarların, düzenli olarak gerçekleştirilen round robin testlerine katılmaları istenir; bu, onaylı laboratuvarların her zaman kontrol edilebilmesini sağlar. İşletme analiz yöntemlerinin paritesinin tanınması için genellikle bir round robin testi gerekir. Bir HACH LANGE round robin testine katılım, katılımcının tam bir round robin testi değerlendirmesi ve bir sertifika alması anlamına gelir.

Çoklu spesifikasyon

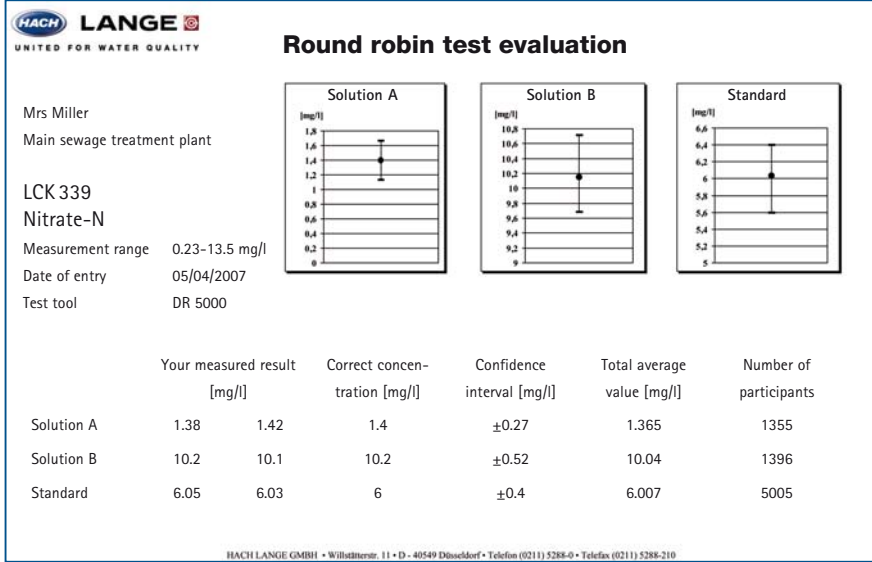
Bir numune veya bir analizin münferit basamaklarının (örneğin numune alma) çoklu spesifikasyonları, münferit ölçüm sonucuna güvenilirliği artırır. Çoklu spesifikasyonlar, önemli giderlerin derhal tanınmasına imkan verir ve ölçüm değerlerinin ortalamasının alınması esas olarak sonuçların hassasiyetini artırır. Kullanılan analiz prosedürüne bakmaksızın çift spesifikasyon, günlük analizin bir parçasıdır.

Paralel ölçüm

İşletme analiz prosedürleri, neredeyse tüm normal numune matrislerinin standart prosedürleriyle karşılaştırılabilir sonuçlar vermelerine rağmen, kullanıcılar, referans prosedürlü sonuçların karşılaştırılmasına odaklanmışlardır. Bu yüzden, düzenleme takibi sırasında gerekli kalite güvence önlemlerini içeren kuvvet testine paralel olarak numunenin bölünmesi ve analiz edilmesi tavsiye edilir.



Round robin testlerine başarılı katılımı gösteren
sertifika



Şekil 3: Nitrat azot parametresinin round robin testi değerlendirmesi. Kullanıcı tarafından hesaplanan münferit sonuçların her biri ve ayrıca doğru konsantrasyon, güven aralığı, toplam ortalama değer ve round robin testi katılımcılarının toplam sayısı verilmektedir.

Eğitim

Eğitim seminerlerine düzenli olarak katılım (örneğin yıllık) analitik bilginin güncellenmesini, tazelenmesini ve bir uzmanın bakış açısından derinleşmesini sağlar. Analitik ilişkilerin tanınması, muhtemel hata kaynaklarının tanınması ve gruplarda uygulama yapılması, işletme analizinin mümkün olan en iyi şekilde kullanılması ve ölçüm sonuçlarının doğru olarak değerlendirilmesi yeteneğini artırır.

Cihaz ve yardımcıların takibi

HACH LANGE fotometreleri için ışık sapması ve fotometrik doğruluğun kontrolü için kalibrasyon filtre ayarları mevcuttur. Bunlar, kullanıcıların cihazlarını kendi

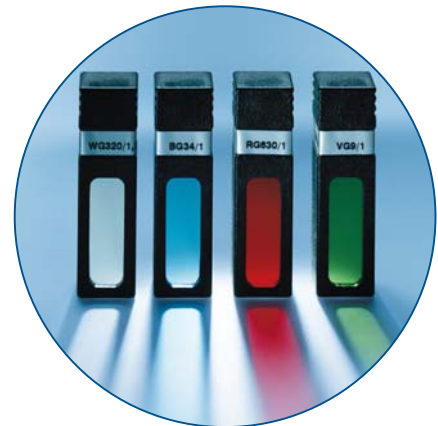
kendilerine çabuk ve kolayca kontrol etmelerini sağlar. Sonuç verileri, bir test veritabanına girilir. HACH LANGE servis paketi (bakım anlaşması) alınması da, fotometreler veya proses test araçlarının kontrol edilmesi için bir başka harici seçenektir. "www.hach-lange.com.tr" den daha fazla bilgi edinilebilir.

Hatalı ölçülmüş hacimler örneğin ayarı doğru olmayan bir pipet kullanmak ya da pipeti düzgün kullanamamak sıklıkla rastlanan bir hata sebebidir. Düzenli pipet test kiti LCA 722 kontrolleriyle, bu hata kaynakları derhal anlaşılabilir ve düzeltilebilir. Bu, laboratuvar ölçekleri kullanılarak tartım gerektirmez.



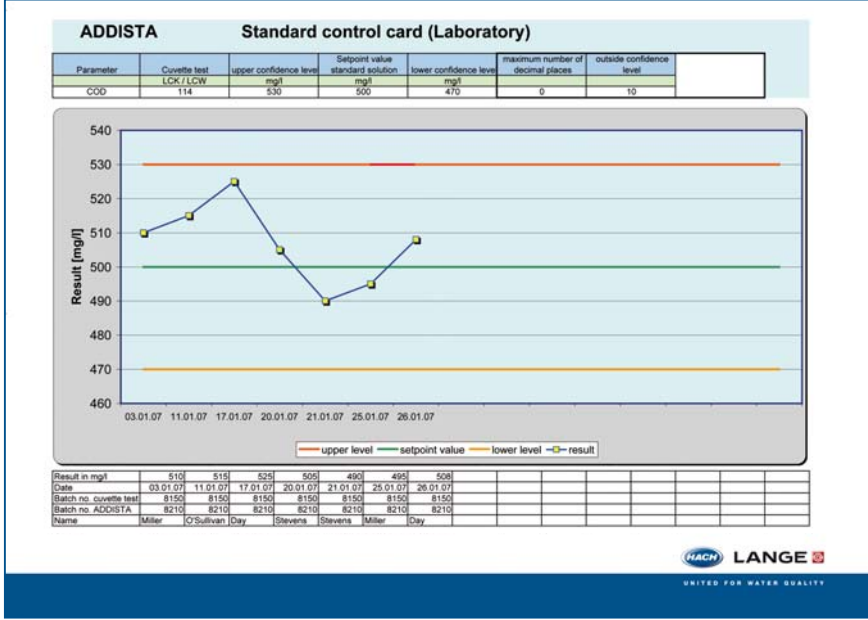
"Avrupa'daki round robin testimiz, 20 yıldan fazla bir süredir kullanılmaktadır. Bu kolay ve yaygın harici kalite kontrol yöntemi, her yıl artan sayıda katılımcı tarafından kabul edilmektedir. Round robin testlerinin pozitiflik oranının %85'ten fazla olması, HACH LANGE kullanıcılarının iyi analitik çalışmalar yaptıklarının kanıtıdır."

Sabine Kater, Ürün Müdürü,
HACH LANGE Düsseldorf



Fotometrik doğruluk kontrolü için kalibrasyon filtrelerinin ayarı

AKG ölçümlerinin doğru olarak belgelendirilmesi



Laboratuvar analizi: Standart kontrol kartı

Belgelendirme

Analitik kalite güvencesi, doğrulama prosesini destekler ve ölçüm sisteminin doğru kullanıldığını ve analizden hata-sız gerçekleştirildiğini belgeler. Bu, bir numune veritabanı kullanılarak başlar ve laboratuvar günlüğüne veya işletme veritabanına bir analiz raporu işleme-siyle son bulur. Belgelendirme, tam ve net olmalıdır. Hangi analiz verilerinin kim tarafından ne zaman elde edildiği belirli olmalıdır.

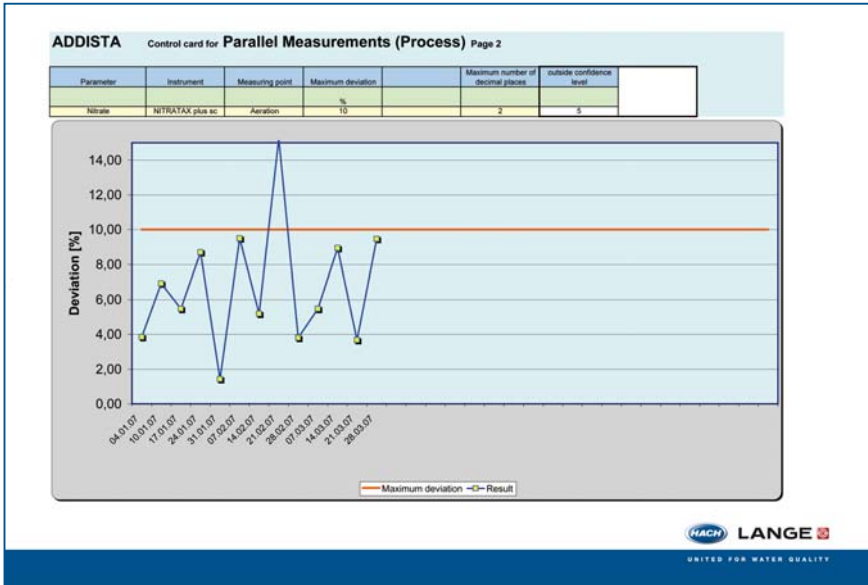
Kontrol kartları

Kalite güvence önlemlerinin tüm sonuç-ları, ilgili kontrol kartlarına kaydedilmelidir (örneğin Almanya'da HACH LANGE kalite kontrol yapı taşları veya CD-ROM'da Excel versiyonu). Değerlendirmeye yar-dımcı olması bakımından her kuvvet testi için bir güven aralığı verilmektedir.

Neye dikkat etmeniz gerekir?

- Tüm ölçüm sonuçları, güven aralığı-nda olmalıdır
- Güven aralığı daraltılarak çalışma yöntemlerinin geliştirilmesi amaçlan-maktadır
- Trendleri izleyin

Kalite kontrol yapı taşları Excel versiyonu da tüm prosedürü sadeleştirir. Kullanıcılar, bilgisayara verilerini girerler ve program otomatik olarak, istenen amaca ulaşıp ulaşılmadığını hesaplar (örneğin sonuçlar güven aralığında ya da değil). Ayrıca sonuçlar, sorgulanan ölçüme bağlı olarak grafik halde de gös-terilebilir.



Kontrol proses kartı: Laboratuvarda paralel ölçümler

Kalite amaçları için AKG önerileri

ÖLÇÜM	AMAÇ	KULLANIM	SIKLIK	KALİTE AMACI
Çoklu spesifikasyon	Hassasiyetin artması	Aykırı değerlerin anlaşılması	Ayda 1; Ek olarak önemli kontroller için; kişiye ve matrikse bağlı	Fark ≤ 10 %*
Standart ölçüm	Dahili sistem kontrolü	Çalışma yöntemlerinin korunması	Her 10 numunede bir en azından ayda 1; kişiye bağlı	Güven aralığına uygun
Spiking/seyreltme	Olasılık kontrolü	Matrikse bağlı yanlış ölçümlere karşı koruma	Mümkün olmayan ölçüm sonuçları için; matrisi değişiklikleri için; en azından her 3 ayda bir	Sapma ≤ 20 %*
Round robin test katılımı	Analizlerin niteliklerinin iyi olduğuna dair harici onay	Dağılıma düzeylerinin tanınması; başarının kanıtı	Yılda 1-2 kez; kişiye bağlı	Sapma ≤ 20 %*
Paralel ölçüm	İşletme yönteminin korunması	Araştırılan numunenin kuvvet test uygunluğunun onayı	Her kuvvet testi ve mümkün olmayan ölçüm sonuçları için yılda 1 kez (düzenleme takibi için numunelerin bölünmesi)	Sapma ≤ 20 %*
Belgelendirme	Şeffaf analiz ve kanıt	Laboratuvar analizlerinin takibi	Her zaman	

Tablo 1: Çeşitli AKG ölçümlerinin amacı, kullanımı ve sıklığı

* Yüzde sınırları, ölçüm aralığının %20-%80'i arasındadır. Bu yüzden birçok düşük konsantrasyon için mg/l cinsinden kalite amacı belirlemek daha yararlı olabilir.

Sonuçları değerlendirmede gözlemsel değerler de önemli bir unsurdur. Kontrol edilecek parametrelerin konsantrasyondaki değişiklikler, toplam su miktarı, tesiste geçen süre, pH değeri vb gibi çeşitli faktörlere bağlıdır. Ayrıca analiz değerleri ve gözlemsel değerler de birbirini tutmalıdır. Örneğin suyun berraklığı = 50 cm ve KOİ = 38 mg/l O₂ => imkansız.

Sonuç

Analitik Kalite Güvencesinin uygulanması şu anlamlara gelir:

- Analiz sonuçları takip edilebilir
- Analiz sisteminin yerinde olduğu her zaman gösterilebilir
- Hatalı kullanımlar derhal tanınabilir
- Ölçüm değerlerinin karşılaştırılması mümkündür
- Analiz sonuçları tanınabilir.



Bulanıklık dahil birçok parametre için çoklu ve münferit standart solüsyonlar mevcuttur



Analiz kalitesinin kusursuz bir biçimde belgelendirilmesi

AKG yardımcıları

ADDISTA KÜVET TESTİ

LCA 700	LCK238 LATON LCK304 Amonyum LCK311 Klorür LCK328 Potasyum LCK348 Fosfat orto LCK414 KOİ
LCA 701	LCK306 Kurşun LCK321 Demir LCK329 Bakır LCK337 Nikel LCK353 Sülfat LCK360 Çinko
LCA 702	LCK301 Alüminyum LCK308 Kadmiyum LCK313 Krom (VI), toplam LCK353 Sülfat
LCA 703	LCK049 Orto-fosfat LCK114 KOİ LCK303 Amonyum LCK311 Klorür LCK339 Nitrat LCK350 Fosfat orto LCK353 Sülfat LCK386 TOK
LCA 704	LCK153 Sülfat LCK305 Amonyum LCK311 Klorür LCK314 KOİ LCK340 Nitrat LCK349 Fosfat orto LCK385 TOK

ADDISTA KÜVET TESTİ

LCA 705	LCK014 KOİ LCK302 Amonyum LCK311 Klorür LCK387 TOK
LCA 706	LCK521 Demir LCK529 Bakır LCK537 Nikel LCW032 Manganez
LCA 707	LCK341 Nitrit LCK348 Fosfat orto/toplam LCK614 KOİ
LCA 708	LCK338 LATON LCK350 Fosfat orto/toplam LCK514 KOİ
LCA 709	LCK138 LATON LCK342 Nitrit LCK349 Fosfat orto/toplam LCK614 KOİ
LCA 310*	LCK310 Serbest klor
LCA 333*	LCK333 Non-iyonik yüzey aktif maddeleri
LCA 390*	LCK390 AOX
LCA 555*	LCK555 BOİ
LCA 753**	Aşağıdaki prosesler için ADDISTA Amonyum (AMTAX) Nitrat (NITRATAX) Fosfat (PHOSPHAX)
LCA 754**	TOK prosesi için ADDISTA (TOCTAX cihazı için)

* Round robin test solüsyonları olmadan mono-standart

** Sadece standart ve round robin test solüsyonu

Test ortamları

LZP310	CADAS ve XION için ışık sapması ve fotometrik doğruluğu kontrol etmek için kalibrasyon filtre ayarı
LZV537	DR 2800/5000 için ışık sapması ve fotometrik doğruluğu kontrol etmek için kalibrasyon filtre ayarı
LCA722	HACH LANGE piston pipetlerini kontrol etmek için pipet test kiti
LZP181	Fotometrik doğruluğu kontrol etmek için test kiti
LZV086	Dalga boylarının doğruluğunu kontrol etmek için holmiyum perklorür solüsyonu (KG küvetinde karıştırılmış)

HACH LANGE Servisleri



Sipariş, bilgi ve tavsiye:
TR: +90 (0)312 440 98 98



Teknik saha çalışanlarımızla saha desteği.



Seminerler ve çalışma grupları: eğitimler verilmesi ve pratikte deneyimlerin değiş tokuş edilmesi.



Standart solüsyonlarla, cihaz kontrolleriyle ve test solüsyonlarıyla eksiksiz kalite güvencesi.



Servis kontratıyla uzatılmış garanti.



www.hach-lange.com.tr
güncel bilgilerle ve güvenli indirmelerle.

HACH LANGE SU
ANALİZ SİSTEMLERİ LTD.ŞTİ.
Hilal Mah. 75. Sokak
Arman Plaza No: 9/A
TR-06550 Çankaya/ANKARA
Tel +90 (0)312 440 98 98
Faks +90 (0)312 442 11 01
bilgi@hach-lange.com.tr
www.hach-lange.com.tr



LANGE