



EKOTEKS

LABORATORY AND INSPECTION SERVICES INC.



EKOTEKS

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

LABORATORY AND INSPECTION SERVICES INC.

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

İçerik

1. AMAÇ.....	3
2. KAPSAM.....	3
3. İLETİŞİM BİLGİLERİ.....	3
4. KALİTE SİSTEMİ.....	4
5. TAŞERON BİLGİSİ.....	4
6. TARAFSIZLIK.....	4
7. GİZLİLİK.....	4
8. HİLE VEYA SONUÇLARIN TAHRİFATI.....	4
9. KATILIMCI KRİTERLERİ.....	5
10. PROGRAM ÜCRETİ VE ÖDEMELER.....	5
11. YETERLİLİK TESTİ İŞ AKIŞI.....	5
12. YETERLİLİK TESTLERİ ZAMAN ÇİZELGESİ.....	6
13. ÇEVİRİM ve NUMUNELERİN NUMARALANDIRILMASI.....	7
14. NUMUNE SEÇİMİ, HAZIRLANMASI VE GÖNDERİMİ.....	7
15. HOMOJENLİK VE KARARLILIK.....	8
15.1. Kantitatif Analizlerde Homojenitenin Sağlanması.....	8
15.2. Kalitatif ve Yarı Kantitatif Analizlerde Homojenitenin Sağlanması.....	8
15.3. Kantitatif Analizlerde Kararlılığın Sağlanması.....	9
15.4. Kalitatif ve Yarı Kantitatif Analizlerde Kararlılığın Sağlanması.....	9
16. İSTATİKSEL TASARIM.....	10
16.1. Veri Aktarımı ve İlk Kontroller.....	10
16.2. Sapan Değer Kontrolü.....	10
16.2.1. Chauvenet Testi.....	11
16.3. Atanmış Değer(x_{pt}).....	11
16.3.1. Kantitatif Yeterlilik Testleri.....	11
16.3.1.1. Ortalama.....	11
16.3.1.2. Medyan.....	11
16.3.1.3. Hampel Metodu.....	12
16.3.1.4. Algoritma A.....	12

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

16.3.1.5.	CRM Değeri.....	12
16.3.2.	Kalitatif ve Yarı Kantitatif Yeterlilik Testleri	12
16.4.	Dağılımın Belirlenmesi (σ_{pt}).....	12
16.4.1.	Standart Sapma	13
16.4.2.	MADe.....	13
16.4.3.	M-estimator.....	13
16.4.4.	Qn Metodu	13
16.4.5.	Algoritma A.....	14
16.4.6.	CRM Değeri.....	14
16.5.	Atanmış Değer Belirsizliği (U_{xpt})	14
17.	Verilerin Analizi.....	14
17.1.	Kantitatif Sonuçların Değerlendirilmesi.....	14
17.1.1.	z skoru.....	14
17.1.2.	z' Skoru	15
17.2.	Kalitatif ve Yarı Kantitatif Sonuçların Değerlendirilmesi.....	15
18.	RAPORLAMA.....	16
19.	ŞİKAYET, İTİRAZ VE TALEPLERİN ELE ALINMASI.....	17
20.	REFERANSLAR	17

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

1. AMAÇ

EKOTEKS tarafından test/analiz sonuçlarının geçerliliğinin güvence altına alınması ve laboratuvarların sonuçlarını diğer laboratuvarların sonuçları ile karşılaştırarak kendi performansını izleyebilmesi açısından ISO/IEC 17043 ve ISO 13528 standartlarına göre yeterlilik testi çalışmaları organize edilmektedir.

Yeterlilik testlerinin düzenlenmesindeki belirli amaçlar:

- Laboratuvarların belirli deney veya ölçümler için performanslarının değerlendirilmesi ve performans sürekliliğinin gözlemlenmesi,
- Laboratuvarların belirli periyotlarda yeterlilik testlerine katılımı ve performanslarının göz önünde bulundurulması akreditasyon kuruluşları için gereklilik olması,
- Laboratuvarların ölçüm performanslarını, güçlü ya da zayıf oldukları alanları görmelerinin sağlanması,
- Diğer laboratuvarlar ile kendilerini karşılaştırma imkanı bulma,
- Deney veya ölçme metodlarının etkinliği ve karşılaştırılabilirliğinin sağlanması

Bu kapsamda; düzenlenen bu çalışmalar ile laboratuvarların performanslarının değerlendirilmesi, geliştirilmesi ve uyguladıkları test metodlarının akreditasyon süreçlerine katkı sağlanması amaçlanmaktadır.

2. KAPSAM

Bu protokol EKOTEKS Laboratuvarı tarafından düzenlenen yeterlilik testleri organizasyonu, çalışmalarda kullanılacak numunelerin seçimi, hazırlanması, katılımcı sonuçlarının ve performanslarının değerlendirilmesi, sonuçların raporlanması, gizlilik ve tarafsızlık, katılımcıların sürece itiraz hakkı gibi konuları açıklar.

3. İLETİŞİM BİLGİLERİ

Kuruluş: Ekoteks Laboratuvar Ve Gözetim Hizmetleri A.Ş.
Koordinatör: Merve Ak
ILC/PT Manager
Adres: Esenyurt Firuzköy Bulvarı No:29 34325 Avcılar/İSTANBUL/TURKİYE
Telefon: +90 212 676 78 66
Faks: +90 212 695 20 31
E-posta: pt@ekoteks.com
Websitesi: www.ekoteks.com

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

4. KALİTE SİSTEMİ

EKOTEKS Laboratuvarı'nda ISO/IEC 17025:2017 ve ISO/IEC 17043:2023 kalite sistemi uygulanmaktadır. İstatiksel hesaplamalar ve analizler için ISO 13528:2022 takip edilmektedir. Tüm süreçler LAK/YT Müdür'ü tarafından organize edilir. Organizasyonun planlanması, sonuçların istatiksel yöntemler kullanılarak değerlendirilmesi, homojenlik ve kararlılık çalışmalarının istatiksel olarak değerlendirmesi ve raporun hazırlanmasından LAK/YT Müdür'ü sorumludur. Duyuruların yapılması, başvuruların toplanması, sonuçların toplanması, katılımcılar ile iletişim Kalite Güvence Sorumlusu'nun, numunenin seçimi, hazırlanması, homojenlik ve kararlılık çalışmalarının yapılması da Numune Sorumlusu'nun sorumluluğundadır.

5. TAŞERON BİLGİSİ

EKOTEKS düzenlediği yeterlilik testi çalışmalarında taşeron hizmeti almamaktadır.

6. TARAFSIZLIK

EKOTEKS tarafından yeterlilik testi faaliyetleri tarafsız bir şekilde yürütülür. Yeterlilik testi sağlayıcısı yeterlilik testi faaliyetlerinin tarafsızlığından sorumludur. Ticari, finansal veya diğer baskıların tarafsızlığını tehlikeye atmaya izin vermez ve bunun için önlemler alır.

7. GİZLİLİK

EKOTEKS tarafından düzenlenen yeterlilik testleri çalışmaları müşteri bilgilerinin gizliliği esasına dayanmaktadır. Çalışmaların gizliliğini sağlamak için her katılımcı laboratuvara ayrı bir laboratuvar numarası (Lab 001, Lab 002 vb.) tanımlanır ve çalışmanın başlangıcında laboratuvar numarası mail yoluyla katılımcı ile paylaşılır. Laboratuvarlara gönderilen Yeterlilik Testi Sonuç Raporunda sonuçlar her laboratuvar için belirlenmiş laboratuvar numaraları ile verilir ve laboratuvarlar kendi numarasına göre sonuçlarını kontrol eder. Katılımcıların sonuçları ve sayıları, katılımcı laboratuvarın izni olmadan üçüncü şahıslarla paylaşılmaz. Laboratuvarın yazılı onayı/talebi olması durumunda ilgili laboratuvarın kodu ve sonuçları izin verilen kişi veya kurumlar ile yine katılımcıyı bilgilendirerek e-posta yoluyla paylaşılabilir.

8. HİLE VEYA SONUÇLARIN TAHRİFATI

Yeterlilik testi çalışmalarında katılımcı laboratuvarlar arasında hile veya sonuçların tahrifatının engellenmesi hedeflenir. Bu kapsamda;

- Katılımcılar çevrimlere katıldıklarında Kalite Güvence Sorumlusu tarafından farklı katılımcı kodları verilir ve katılımcılar raporlarda bu kodla sonuçlarını takip ederler.
- Katılımcı kodları ile katılımcı eşleştirmelerini yalnızca Kalite Güvence Sorumlusu görebilir.

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

- Eş zamanlı gönderilmesi gereken bilgilendirme mailleri katılımcılara gizli bilgi olarak gönderilir. Böylece katılımcıların diğer katılımcılar ile ilgili bilgi sahibi olması engellenir.
- Atanmış değer raporlama tarihinden önce hiçbir laboratuvar ile paylaşılmaz.
- Rapor paylaşıldıktan sonra katılımcılardan sonuç kabul edilmez ve rapora dahil edilmez.
- EKOTEKS'in katıldığı çevrimlerde EKOTEKS diğer katılımcılardan önce sonuç bildirmek zorundadır.

9. KATILIMCI KRİTERLERİ

EKOTEKS tarafından düzenlenen yeterlilik testleri programlarına kendilerini yasal kuruluşlara, akreditasyon kurumlarına veya müşterilerine kanıtlamak isteyen tüm laboratuvarlar katılabilirler. Katılımcı sayısı minimum 3'tür.

10. PROGRAM ÜCRETİ VE ÖDEMELER

EKOTEKS tarafından düzenlenen yeterlilik testleri çalışmalarına ait ücretler başvuru formunda ilgili katılımcılara bildirilir. Numune gönderiminden önce ilgili katılımcılara fatura kesilir. Ödeme yapmayan katılımcılara numune ve rapor gönderimi yapılmaz. Katılımcı iptal isteklerini numune göndermeden önce yapmalıdır. Numune gönderiminden sonra yapılan iptal talepleri geçersiz sayılacaktır.

11. YETERLİLİK TESTİ İŞ AKIŞI

Yılın sonunda planlama toplantısında ihtiyaç doğrultusunda çevrimler planlanır. Tüm çevrimler aşağıdaki iş akışında gösterildiği gibi düzenlenir.

EKOTEKS
LABORATORY AND INSPECTION SERVICES INC.

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

Planlama

- Çevrim planlaması yapılır.
- Metotlara uygun numune kriterleri belirlenir.
- Dokümanlar oluşturulur.

Katılım ve Başvuru

- Çevrim duyurusu yapılır.
- Başvurular e-posta üzerinden başvuru formu ile alınır.

Test numunesinin hazırlanması,doğrulanması ve gönderimi

- Metoda uygun numune ticari olarak temin edilir veya laboratuvar tarafından üretilir.
- Numuneler hazırlanır,uygun şartlarda paketlenir ve etiketlenir.
- Numunelerin homojenlik ve kararlılık çalışmaları yapılır ve sonuçlar değerlendirilir.
- Çalışma talimatları oluşturulur.
- Katılımcılara çalışma talimatları eposta ile gönderilir
- Numuneler kargo ile katılımcılara gönderilir ve bilgilendirme maili atılır.

Test numunesinin katılımcılar tarafından analizi ve sonuç bildirim

- Katılımcılar numunenin ulaştığı bilgisini Ekoteks'e mail ile verir.
- Katılımcılara son sonuç giriş tarihi mail iel bildirilir.
- Son sonuç giriş tarihinden 1 gün önceye kadar sonuç iletmeyen katılımcılara hatırlatma maili atılır
- Katılımcılar sonuçları e posta ile EKOTEKS'e iletir.

Sonuçların değerlendirilmesi ve raporlama

- Toplanan sonuçların ön değerlendirmesi yapılarak, sonuçları istatistiksel olarak değerlendirilir.
- Performans değerlendirmesi yapılır.
- Sonuç raporu hazırlanır ve taslak olarak katılımcılar ile paylaşılır.
- 5iş günü için gelen geri bildirimler değerlendirilir, revize gerekli ise revize edilerek değilse de nihai olarak sonuç raporu paylaşılır.

12. YETERLİLİK TESTLERİ ZAMAN ÇİZELGESİ

Yeterlilik testleri planlanan çevrimlerin son başvuru tarihleri, numune gönderim tarihi, son sonuç giriş tarihi ve raporlama tarihi katılımcılar ile paylaşılır.

Yeterlilik testi numuneleri katılımcılara iletildikten sonra son sonuç giriş tarihine kadar katılımcıların sonuçları göndermesi beklenir. Sonuç göndermeyen katılımcılara son giriş tarihinden 1 gün önce hatırlatma maili atılır. Son giriş tarihine kadar sonuç iletmeyen katılımcıların performans değerlendirmesi yapılmaz. Aksi olmadıkça raporlama son sonuç giriş tarihinden 1 ay içerisinde yapılır ve katılımcılar ile paylaşılır. Bu süre aksaklıklar göz önünde bulundurulduğunda 2 hafta aksayabilir. Aksama durumunda katılımcılar bilgilendirilir.

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

13. ÇEVİRİM ve NUMUNELERİN NUMARALANDIRILMASI

Çevrimler ve numuneler belirlenen kriterlere göre numaralandırılır. Çevrimler EKO-YIL-Program Kodu-X olarak numaralandırılır. Numuneler ilgili çevrim numarasını içerecek şekilde EKO-YIL-Program Kodu-X-SZZ-YY olarak numaralandırılır. Aşağıdaki özet tabloda kısaltmalar ve program kodları belirtilmiştir.

EKO	EKOTEKS
YIL	Çevrimin planlandığı yılı ifade eder. 2024 yılında planlanan bir çevrim 24 olarak belirtilir.
Program Kodu	<ul style="list-style-type: none">• Oyuncak Testleri: TY• Mikrobiyoloji Testleri: M• Yanmazlık Testleri: FL• Haslık Testleri: CF• Fiziksel Testler: PHY• Atık Su Testleri: WW• Kimyasal Testler: CHEM• Kimyasal Testler–Biyosidal: CHEM-B• Kimyasal Testler-Tekstil: CHEM-T• Kimyasal Testler-Kozmetik: CHEM-C
X	O yıldaki ilgili kategoriden düzenlenen çevrim sayısını ifade eder. Örneğin; 2024 yılında Oyuncak testlerinde 2. kez düzenlenen çevrim EKO-24-TY-2 olarak kodlanır.
SZZ	İlgili çevrimdeki numuneler 01 den başlanarak numaralandırılır. Örneğin, Mikrobiyoloji testinin 2024 yılında düzenlenen 3. Çevriminin 2. türdeki numunesi EKO-24-M-3-S02 olarak numaralandırılır.
YY	İzlenebilirliğin sağlanması için hazırlanan numunelere sırası ile Numara verilir. Örneğin; Yanmazlık testinin 2024 yılında planlanan 1. Çevriminin 3 .numunesinden 40 adet numune hazırlanmış ise EKO-24-FL-1-S03-01, EKO-24-FL-1-S03-02.....,EKO-24-FL-1-S03-40 olarak numaralandırılır.

14. NUMUNE SEÇİMİ, HAZIRLANMASI VE GÖNDERİMİ

Düzenlenen çevrimdeki metotlara uygun numune kriterleri belirlenir. Bu kriterlere uygun yeterlilik testi numuneleri seçilir. Test yöntemine uygun numuneler, teknik olarak uzman olan numune sorumlusu tarafından ticari olarak satın alınabilir veya laboratuvarda uygun numuneler üretilip hazırlanabilir. Hazırlanan numuneler test yöntemine uygun olarak bozulmayacak hasar görmeyecek şekilde paketlenir ve numaralandırılır. Numaralandırma ilgili çevrim kodunu içerecek şekilde kaç adet numune hazırlanmışsa o sıra ile yapılır. Numuneler gönderildikten sonra mail ile bilgilendirme yapılır, numunelerin hasarsız ulaştığı bilgisi EKOTEKS'e mail ile bildirilmesi istenir. Eğer 5 iş günü içinde katılımcılardan dönüş olmazsa numunelerin sağlam teslim edildiği kabul edilir.

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

15. HOMOJENLİK VE KARARLILIK

15.1. Kantitatif Analizlerde Homojenitenin Sağlanması

Kantitatif sonuçlarda homojenite dataları Grubbs testi ile kontrol edildikten sonra ISO 13528 Ek B madde 3'teki formüller kullanılarak s_s değeri bulunur.

g adet örnek rastgele seçilir ($g \geq 10$) her bir numune m eşit parçaya bölünerek analiz edilir ($m \geq 2$). Numuneler bölünemediği durumda 20 adet numune rastgele seçilerek analiz sonuçlarının standart sapması kullanılır.

Homojenite değerlendirmesi ISO 13528 Ek B'de yer alan s_s değerinin aşağıdaki kıyaslaması ile sağlanır.

$$S_s < 0,3 * \sigma_{pt}$$

$$S_s < 0,1 * \delta_E$$

σ_{pt} : Standart Sapma

δ_E : İzin Verilen Maximum Hata

Yukarıdaki formül sağlanmadığı, yeterlilik testi numunesinin homojen çıkmadığı durumda:

- Çevrim standart sapması s_s dahil edilerek genişletilebilir.

$$\sigma'_{pt} = \sqrt{\sigma_{pt}^2 + s_s^2}$$

- Atanmış değer standart sapmasına s_s eklenerek z' skoru hesaplanabilir.
- σ_{pt} katılımcı sonuçlarından elde ediliyorsa kontrollü bir şekilde genişletilerek s_s elde edilebilir.

Not1: Atanmış değer ve çevrim sapmasının katılımcı sonuçlarından elde edildiği çevrimlerde homojenite uygulanmaksızın homojenitenin tüm katılımcılara sirayet ettiği kabul edilerek atanmış değer belirsizliği içinde bulunduğu kabulü yapılabilir.

15.2. Kalitatif ve Yarı Kantitatif Analizlerde Homojenitenin Sağlanması

g adet örnek rastgele seçilir ($g \geq 10$) her bir numune m eşit parçaya bölünerek analiz edilir ($m \geq 2$). Numuneler bölünemediği durumda 20 adet numune rastgele seçilerek analiz edilir.

Var/yok gibi analizlerde %95 güven aralığında %5 hataya izin verilir. 20 homojenlik çalışmasından 1 tanesinin sonucu farklı çıkarsa öncelikli olarak farklı bir kişi tarafından analiz tekrar edilir ve kontrol edilir. Tekrar uygun çıkmazsa 20 numune daha alınarak analiz edilir.

Yarı kantitatif derecelendirme yapılan analizlerde sonuçlar arasındaki mutlak farkın 0,5 grade'ten fazla olmaması beklenir.

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

15.3. Kantitatif Analizlerde Kararlılığın Sağlanması

Numunelerin kararlılığı son sonuç bildirim tarihinden en erken 1 gün önce gerçekleştirilir.

Kararlılık analizleri için, m=2 g=2 olacak şekilde 2 numune toplam 4 veri ortalaması alınarak değerlendirilir. Eğer ilgili çevrimde homojenite yapılmaksızın kararlılık uygulanacaksa 2 numune ve toplamda 4 veri çevrim öncesinde de analiz edilerek ortalaması alınır.

Kararlılık değerlendirmesi kararlılık analizlerinde elde edilen verilerin ortalamalarının homojenite ortalaması veya ön kararlılık analizi ortalamasından farkının mutlak değerinin kıyaslanması ile sağlanır.

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0,3 * \sigma_{pt}$$

$$|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| \leq 0,1 * \delta_E$$

\bar{y}_1 = Çevrim Öncesi Kararlılık Ortalaması

\bar{y}_2 = Çevrim Sonrası Kararlılık Ortalaması

σ_{pt} = Çevrim Standart Sapması

δ_E = Toplam İzin Verilebilir Hata

Kararlılığın Uygun Çıkmadığı Durumda:

- Kararsızlık belirlenip atanmış değer belirsizliğine eklenebilir.
- $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2| < 0,3 * \sigma_{pt} + 2 * \sqrt{u^2(\bar{y}_1) + u^2(\bar{y}_2)}$ formülü ile kabul kriteri genişletilebilir.
- Numune hazırlama basamakları kontrol edilerek iyileştirmeler yapılabilir.
- Çevrim tekrarlanabilir.

15.4. Kalitatif ve Yarı Kantitatif Analizlerde Kararlılığın Sağlanması

Numunelerin kararlılık analizi son sonuç bildirim tarihinden en erken 1 gün önce gerçekleştirilir. Kararlılık analizleri için, m=2 g=2 olacak şekilde 2 numune toplam 4 veri ortalaması alınarak değerlendirilir. Eğer ilgili çevrimde homojenite yapılmaksızın kararlılık uygulanacaksa 2 numune ve toplamda 4 veri çevrim öncesinde de analiz edilerek ortalaması alınır.

Kalitatif analizlerde kararlılık test sonuçlarının;

- Var/yok gibi analizlerde birbirinin aynı olması beklenir
- Yarı kantitatif analizlerde(derecelendirme) birbiri arasında max $\pm 0,5$ grade fark olması beklenir.

Kararlılığın uygun çıkmadığı durumlarda çevrim tekrarlanır.

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

Taşımadan kaynaklı kararlılığın sağlanması kontrolü, sıcaklıktan ve depolama şartlarından etkilenmeyecek numunelerde uygulanmaz. Sıcaklıktan ve depolama şartlarından etkilenecek numune tiplerinde 1 kere taşıma ve depolama simüle edilerek kontrol sağlanır. Kontrolde beklenen çevrim sapması veya kalitatif testler için beklenen değer uzmanlar tarafından belirlenir.

Numune ekstrem şartlarda (yazın en sıcak zamanda ve kışın en soğuk zamanda) muhtemel en uzak hizmet noktasına kargolanarak geri çağırılır ve analiz edilir. Kantitatif için 4 numune kalitatif için 2 numune yeterlidir.

16. İSTATİKSEL TASARIM

16.1. Veri Aktarımı ve İlk Kontroller

Yeterlilik testi programlarında veri aktarımları aşağıdaki gibi gerçekleştirilir;

- Homojenlik çalışmalarına ait sonuçlar ilgili numune sorumlusu tarafından Homojenlik Çalışmaları Sonuçları formuna işlenerek LAK/YT Müdürü'ne iletilir.
- Sonuçlar katılımcılardan Sonuç Bildirim Formu ile e-posta aracılığıyla Kalite Güvence Sorumlusu tarafından toplanır. Kalite Güvence Sorumlusu tarafından gizlilik ve tarafsızlığın sağlanması için laboratuvarlara kod vererek LAK/YT Müdürü'ne sonuçları iletilir. Laboratuvar kodları "LAB 001" gibi LAB ön eki ile "001" şeklinde sayı eklenmesi ile gerçekleştirilir. Katılımcı laboratuvar kodu eşleşmesi yalnızca Kalite Güvence Sorumlusu'nda olur. Raporlama süresi boyunca bu bilgi Kalite Güvence Sorumlusu dışında kimse ile paylaşılmaz. Çevrim tamamlandıktan sonra diğer personeller de görev yedeği gereğince katılımcı eşleşme bilgisine erişebilir bu durum artık arşiv olmuş bir rapor için önem içermez.
- Sonuçlarda herhangi bir birim hatası ya da hassasiyet hatası olup olmadığı ilk olarak kontrol edilir.
- Kararlılık çalışmalarına ait sonuçlar ilgili numune sorumlusu tarafından Kararlılık Çalışmaları Sonuçları formuna işlenerek LAK/YT Müdürü'ne iletilir.
- LAK/YT Müdürü tarafından homojenite, kararlılık ve analiz sonuçları hesaplanarak sistem altında kayıt edilir. LAK/YT Müdürü tarafından ilgili veriler hesaplanarak performans analizi yapılır.
- Veriler ve bilgiler işlenerek LAK/YT Müdürü tarafından rapor hazırlanır.
- Hazırlanan yeterlilik testi raporu Kalite Güvence Müdürü tarafından kontrol edilir ve onaylanır.

16.2. Sapan Değer Kontrolü

Veri dizileri ile çalışılırken ilk yapılan işlem veri dizisinin normal dağılım gösterdiğini kontrol etmektir. Normal dağılım göstermeyen veri dizilerinde ROBUST istatistik metotlar kullanılır. Hesaplamalarda sapan değerlerin hesaplama dışı bırakılması veya robust işlemlere karar

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

verilmesi istatistik işlemler sorumlusunun görevidir. Sapan değerleri hesaplama dışı bırakılmasına veya tutulmasına veri dizisinin genel yapısına göre karar verilir, örn; 14 verisi olan bir veri dizisinde 3 sapan değer varsa 11 dataya düşüldüğünde zorunlu olarak robust yöntem kullanılacağından bunları hesaplama dışı bırakmanın bir anlamı yoktur.

Sapan değer çıkmaması halinde istatistik değerlendirmeye katılımcı sayısı uygun olması halinde non-robust teknikler ile devam edilir.

16.2.1. Chauvenet Testi

Chauvenet testi bir aykırı değer testidir, aşağıdaki formül kullanılarak her bir veri için "C" değeri hesaplanır ve C kritik değeri ile karşılaştırılır, eğer $C < C_{kritik}$ ise değer sapan değer değildir aksi hali sapan değer olarak işaretlenir.

16.3. Atanmış Değer (x_{pt})

16.3.1. Kantitatif Yeterlilik Testleri

Atanmış değer seçiminde aşağıdaki yöntemler kullanılabilir;

- Ortalama
- Medyan
- Hampel metodu
- Algoritma A
- CRM Değeri

16.3.1.1. Ortalama

Katılımcılardan gelen sonuçlar sapan değer testleri ile değerlendirildikten sonra sapan değer bulunmayan veri gruplarında $p > 12$ şartı ile aritmetik ortalama atanmış değer olarak kullanılır.

$$\text{Ortalama} = \frac{1}{p} \sum_{i=0}^p x_i$$

- p =toplam veri sayısı
- x_i =her bir veri

16.3.1.2. Medyan

$p < 12$ olup %20 den az sapan değer içeren veri gruplarında atanmış değer olarak medyan kullanılır.

$$\text{med}_{(x)} = \begin{cases} x^{(p/2)} & p \text{ Tek sayı} \\ \frac{x^{(p/2)+5} + x^{(1+p/2)}}{2} & p \text{ Çift sayı} \end{cases}$$

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

- $Med_{(x)}$ = x değerlerinin medyanı
- Tüm veriler küçükten büyüğe sıralanır (x_n en büyük değer olur)
- p =toplam veri sayısı
- x_i =her bir veri

16.3.1.3. Hampel Metodu

Hampel metodu $p < 12$ ve sapan değer oranı %20 den büyük olması durumunda kullanılır (max %50) ISO 13528 kaynak 37 de verilen web uygulaması üzerinden ortalama hesaplanır,

“<http://quodata.de/en/web-services/QHampel.html>” (ISO 13528 kaynak 37)

16.3.1.4. Algoritma A

Algoritma A yöntemi $p > 12$ ve sapan değer içeren veri gruplarında kullanılır. ISO 13528 EK C ye göre hesaplanır.

16.3.1.5. CRM Değeri

Çevrim numunesi olarak CRM kullanılması durumunda CRM sertifikasındaki değer atanmış değer olarak kullanılır. İlgili CRM bilgileri raporda katılımcılarla paylaşılır.

16.3.2. Kalitatif ve Yarı Kantitatif Yeterlilik Testleri

Kalitatif Yeterlilik testleri sayısal karşılığı olmayan veya sayısal karşılığı olsa dahi çok limitli olan test türüdür. Sonuç olarak test numunesinin belirli özelliğini var/yok, Geçti/Kaldı ya da kırmızı/beyaz/mavi gibi kısıtlayıcı miktarda tanımlayan veya görsel olarak derecelendirme yapılan çevrimlerdir. Bu çevrimlerde atanmış değer aşağıdaki gibi belirlenebilir;

- Uzman Görüşleri ile
- Referans Malzeme Kullanımı
- Katılımcı Sonuçlarından elde edilen Mod Değeri
- Katılımcı Sonuçlarından Medyan'ın ile (Medyan yalnızca sıralı değerler için uygundur)

16.4. Dağılımın Belirlenmesi (σ_{pt})

Kantitatif analizlerde dağılım seçiminde aşağıdaki yöntemler kullanılabilir;

- Standart sapma
- MADe
- M-estimator
- Q_n metodu
- Algoritma A
- CRM Değeri

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

16.4.1. Standart Sapma

Katılımcılardan gelen sonuçlar sapan değer testleri ile değerlendirildikten sonra sapan değer bulunmayan veri gruplarında $p > 12$ şartı ile standart sapma dağılım değeri olarak kullanılır.

$$\text{Standart Sapma (sample)} = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2}$$

- p =toplam veri sayısı
- x_i =her bir veri
- \bar{x} = ortalama

16.4.2. MADe

MAD_e medyandan üretilen bir robust dağılım hesaplama yöntemidir. $p < 12$ olup %20 den az sapan değer içeren veri gruplarında atanmış değer olarak MAD_e kullanılır.

$$d_i = |x_i - med(x)|$$

$$MAD_{e(x)} = 1,483xmed_{(d_i)}$$

- $Med_{(x)}$ = x değerlerinin medyanı
- d_i tüm değerlerin medyana mutlak farkları
- x_i =Her bir veri
- $med_{(d_i)}$ = elde edilen mutlak farkların medyanı

16.4.3. M-estimator

M-estimator yönetimi $4 \leq p < 12$ ve sapan değer içeren veri gruplarında kullanılır.

$$s^* = \frac{1}{0,798 \times p} \sum_{i=1}^p |x_i - med(x)|$$

16.4.4. Qn Metodu

Q_n metodu $p < 12$ ve sapan değer oranı %20 den büyük olması durumunda kullanılır (max %50) ISO 13528 kaynak 37 de verilen web uygulaması üzerinden ortalama hesaplanır,

“<http://quodata.de/en/web-services/QHampel.html>” (ISO 13528 kaynak 37)

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

16.4.5. Algoritma A

Algoritma A yöntemi $p > 12$ ve sapan değer içeren veri gruplarında kullanılır. ISO 13528 EK C ye göre hesaplanır.

16.4.6. CRM Değeri

Çevrim numunesi olarak CRM kullanılması durumunda CRM sertifikasındaki dağılım değeri kullanılır. İlgili CRM bilgileri raporda katılımcılarla paylaşılır.

Kalitatif analizlerde; standart sapma hesaplanamaz.

16.5. Atanmış Değer Belirsizliği (u_{xpt})

Kantitatif Analizlerde;

Atanmış değer belirlendikten sonra belirlenen bu değer aralığını tanımlamak için atanmış değer belirsizliği tanımlanır,

Robust yöntemler hariç,

$u_{xpt} = \frac{\sigma_{pt}}{\sqrt{p}}$ Formülü kullanılır.

- u_{xpt} = Atanmış değer belirsizliği
- p = Katılımcı sayısı
- σ_{pt} = Standart sapma (dağılım)

Robust yöntemlerde;

$u_{xpt} = 1,25 \times \frac{\sigma_{pt}}{\sqrt{p}}$ Formülü kullanılır.

- u_{xpt} = Atanmış Değer Belirsizliği
- p = Katılımcı Sayısı
- σ_{pt} = Standart Sapma (dağılım)

atanmış değer belirsizliğinin değerlendirilmesi skor hesaplama bölümünde tanımlıdır.

Kalitatif analizlerde; atanmış değer belirsizliği hesaplanamaz.

17. Verilerin Analizi

17.1. Kantitatif Sonuçların Değerlendirilmesi

17.1.1. z skoru

z skoru, katılımcının değerinin belirlenen atanmış değere yakınlığının bir göstergesidir.

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

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

17.1.2. z' Skoru

$u(x_{pt}) > 0,3\sigma_{pt}$ olduğu durumlarda z'(z prime) skoru verilir.

$$z' = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u_{x_{pt}}^2}}$$

Not: Genişletme faktörü $u_{x_{pt}}$ olmak zorunda değildir, homojenite veya kararlılık uygunsuzluğu için σ_{pt} değerinin genişletilmesi sonucu yine z' skoru kullanılır.

Bu durumda;

$$z' = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u_{x_{pt}}^2 + u_2^2}}$$

Bu denklemdaki u_2 belirsizliği homojenite sapması (Ss) veya kararlılık genişletmesi (oransal) olabilir.

Skorların değerlendirilmesi aşağıdaki gibidir:

- $|z| \leq 2,0$ uygun
- $2,0 < |z| < 3,0$ sorgulanmalı
- $|z| \geq 3,0$ kabul edilemez

17.2. Kalitatif ve Yarı Kantitatif Sonuçların Değerlendirilmesi

z, z' skor gibi değerlendirme istatistikleri kalitatif veya yarı kantitatif sonuçlar için uygun değildir, bu sonuçlar aşağıdaki gibi değerlendirilir:

- 1-5 arası derecelendirme yapılan yarı kantitatif analizlerde, sonucun atanmış değere $\pm 0,5$ derece yakınlıkta olması beklenir.

$|x_i - x_{pt}| \leq 0,5$ Başarılı

$|x_i - x_{pt}| > 0,5$ Başarısız

x_i : Katılımcı Sonucu

x_{pt} : Atanmış Değer

- Sayısal sonucu bulunmayan kalitatif analizlerde sonuç olarak test numunesinin belirli özelliğini var/yok, geçti/kaldı ya da kırmızı/beyaz/mavi gibi kısıtlayıcı miktarda tanımlayan çevrimlerdir. Bu çevrimlerde katılımcı sonuçlarının atanmış değer ile aynı olması beklenir.
- Alt maddeleri olan kimyasal ve atık su testlerinde numunenin içinde bulunan maddeler katılımcıya belirtilmez. Katılımcılar alt limit ve üst limitler verilerek katılımcıdan tüm alt maddelerin aranması beklenir. Katılımcı tarafından var olan maddelere sonuç sayısal sonuç verilir, var olmayan maddelere de ND (Not detected) verilir. Sayısal sonuçlar

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

kendi içinde kantitatif olarak, ND verilen sonuçlarda kendi içinde kalitatif olarak değerlendirilir. Alt limit altında sonuç bulan laboratuvarlardan sonuçların istatistiksel olarak doğru değerlendirilmesi için ND olarak raporlanması istenir.

Ekoteks Yeterlilik Sağlayıcısı istatistiksel yöntemleri aşağıdaki tabloya göre belirler.

Değerlendirme Türü	Katılımcı Sayısı	Sapan Değer Kontrolü	Sapan değer kararı	Atanmış Değer	Standart Sapma	Ölçüm Belirsizliği	Performans Skoru
Kantitatif	p=3	Chauvenet	Tut	Medyan	MAd	$1,25*s/\sqrt{n}$	$z-z'$
	P=4	Chauvenet	Tut	Medyan	M-estimator	$1,25*s/\sqrt{n}$	$z-z'$
	4<P<12	Chauvenet	Tut	Medyan	M-estimator	$1,25*s/\sqrt{n}$	$z-z'$
	4<P	Chauvenet	Tut s>%50	Hampel	Q Metot	$1,25*s/\sqrt{n}$	$z-z'$
	p>12	Chauvenet	Tut	Algoritma A	Algoritma A	$1,25*s/\sqrt{n}$	$z-z'$
	p>12	Chauvenet	At	Ortalama	Standart Sapma	$1*s/\sqrt{n}$	$z-z'$
Kalitatif (Var- Yok analizi)	p≥3	-	-	Mod	-	-	-
Yarı-Kantitatif (Derecelendirme Görsel değerlendirme)	p≥3	-	-	Mod	-	-	-

18. RAPORLAMA

Yeterlilik testi raporları son sonuç giriş tarihinden 1 ay sonra laboratuvar kodunu da belirterek taslak olarak katılımcılara mail ile gönderilir. Taslak rapor, rapor koduna ek olarak D eklenerek yayınlanır. Katılımcıların 5 iş günü içinde sonuçlarını kontrol etmesi beklenir. Katılımcı geri bildirimlerine göre raporların tekrar gözden geçirilmesi sonucunda hata tespit edilirse raporlar geri çekilerek revize rapor yayınlanır. Revizyon raporlar rapor koduna ek olarak R1 gibi kaçınıcı revizyon olduğunu gösteren kodla yayınlanır. Bu hata yazım yanlışı, verilerin aktarımında hata olabilir, sonuçların doğru aktarılmaması ya da hiç aktarılmamış olması olabilir. Taslak raporda atanan değer ibraz edildiği için sonuçların değiştirilmesi mümkün değildir.

EKOTEKS Yeterlilik Raporu aşağıdaki bilgileri içerir:

- Çevrim ile ilgili bilgileri
- Yeterlilik testi numunelerinin bilgilerini
- İletişim bilgilerini
- Gizlilik ve Tarafsızlık
- Homojenlik ve Kararlılık

YETERLİLİK TESTİ PROTOKOLÜ

- İstatiksel Tasarım
- Performans Değerlendirmesi
- Grafikler
- Yorumlar

19. ŞİKAYET, İTİRAZ VE TALEPLERİN ELE ALINMASI

Katılımcı; şikayet, itiraz ve taleplerini pt@ekoteks.com mail adresine mail yoluyla ya da www.ekoteks.com adresinde bulunan iletişim kısmından yapabilir. Tüm bildirimler müşteri geri bildirim olarak kayıt altına alınarak incelenir.

Şikayet ya da itiraz yeterlilik test numuneleri ile ilgili bir durum ise dağıtımı yapılan numunelerle ilgili araştırmalar yapılır. İletilen numuneye itiraz ya da şikayet için süre 5iş günüdür. Hatalı numuneler tespit edilmesi durumunda katılımcı konu ile ilgili bilgilendirilip numuneler geri çekilir ve tekrar numune gönderimi sağlanır. Rapora yapılan itirazlar veya şikayetler için süre taslak rapor için 5işgünü nihai rapor için 10iş gündür. Raporların tekrar gözden geçirilmesi sonucunda hata tespit edilirse raporlar geri çekilerek revize rapor yayınlanır. Katılımcı itirazının ya da şikayetinin uygun bulunmaması durumunda ilgili nedenler katılımcıya e-posta ile bildirilir. Katılımcı her türlü taleplerini pt@ekoteks.com adresinden iletebilir. Katılımcıya talebin karşılanması ile ilgili olumlu ya da olumsuz posta atılarak geri bildirimde bulunulur.

20. REFERANSLAR

- ISO/IEC 17043:2023 Uygunluk Değerlendirmesi – Yeterlilik testi sağlayıcılarının yetkinliği için genel gereklilikler
- TS EN ISO/IEC 17025:2017, Deney ve kalibrasyon laboratuvarlarının yeterliliği için genel şartlar
- ISO 13528:2022 Laboratuvarlararası Karşılaştırma İle Yeterlilik Deneyinde Kullanılan İstatistiksel Yöntemler
- IUPAC/ISO/AOAC International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Chemistry Laboratories, 2006.
- EA-4/21 INF: 2018 Guidelines for the assessment of the appropriateness of small interlaboratory comparisons within the process of laboratory accreditation.
- EA-4/18 G: 2021 Guidance on the level and frequency of proficiency testing participation
- (<https://quodata.de/en/web%2ADservices/QHampel.html#0>)