

KOİ Ölçümlerinde Analitik Güvence Planı

Kalite Güvence Elemanı	Kontrol Limitleri ve periyodu	Düzeltilici Faaliyet
Metod Kalibrasyonu Kontrolü	<p style="text-align: center;">\pm % 10 sapma.</p> <p style="text-align: center;">Periyodu : Çalışma seansı başına 1 adet</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Kontrol standardı ile 1 test daha yapınız. Kontrol limiti dışında sonuç çıkması takdirinde analizi durdurunuz. 2. Pipet, cihaz, kontrol standardında kontaminasyon ihtimalini ve uygulama adımlarını kontrol ediniz. 3. Şahit doğrulama kontrolü yapınız. Uygun çıkarsa kontrol standardında bulaşma söz konusu olduğundan kontrol standardını değiştiriniz. 4. Potasyum Asit Ftalat (KHP) dan KOİ standartları hazırlayarak, en az 6 noktalı kalibrasyon yaparak bu kalibrasyon grafiğini kullanınız. 5. Periyodik kalibrasyon kontrolüne devam ediniz.
Şahit Doğrulama Kontrolü (Numune yerine saf su ile çalışılarak bir kontrol şahiti hazırlanır.)	<p>Kontrol Şahiti, Laboratuvarda elde edilen MTL değerinin altında sonuç vermelidir.</p> <p>Periyodu: Sorun olduğunda</p>	<ol style="list-style-type: none"> a) Cihaz <u>mevcut şahit ile sıfırlanıp</u>; Kontrol Şahiti okunduğunda Tespit limitinin altında sonucu vermelidir. Limit üstü değer, kontrol şahit hatasını gösterir. b) Cihaz <u>Kontrol Şahiti ile sıfırlanıp mevcut şahit okunduğunda</u> tespit limiti üzerinde KOİ değeri verirse mevcut şahit hatalıdır.
Paraleller arası % Fark	<ul style="list-style-type: none"> • >5xMTL için : < % 20 (RSD % 7) • <5xMTL için: \pm MTL <p>Periyodu: a) Yasal limit civarındaki her ölçümde b) Numunede homojenite problemi varsa c) Ölçüm seansı başına bir numunede</p>	Sonuç verirken durumu belirtiniz
Girişim Etkisi Kontrolü (Standard KOİ miktarının, numunede geri kazanımı)	<p>Geri kazanım aralığı % 85-%115</p> <p>Periyodu: Girişim şüphesinde</p>	<p>Sonuç verirken durumu belirtiniz</p> <p>Diğer kriterler uygunsa geri kazanım problemi matriks etkilerden yada eklenen referans madde miktarının kontrolünden kaynaklanmaktadır.</p>
Metot Tespit Limiti (MTL)	<p>\pm 3 Standart sapma.</p> <p>Periyodu: Ölçüm aralığı başlangıcına yakın ölçüm yapılıyorsa, 6 ayda 1 uygulanması önerilir</p>	Laboratuvar şartlarınızda elde ettiğiniz Minimum Tespit Limiti değerini kullanınız

KOİ Ölçümlerinde Analitik Güvence Planı

❖ Uygulama Bilgileri:

1) Metod Kalibrasyon Kontrol standardının kullanımı:

Numune miktarı ile aynı olarak kullanılır. Ölçüm aralığının orta noktasında kontrol yapılır.

2) Şahit doğrulama Kontrolü:

Mevcut şahit, hatalı ise; yeni şahiti, üç paralel olarak safsu kullanarak hazırlayınız. Cihazınızı ilgili dalga boyunda Absorbans moduna alınız. Havaya karşı sıfırlayıp şahit amaçlı hazırlanan tüplerin Absorbanslarını okuyunuz. Küçükten büyüğe Absorbansları sıraladığınızda ortadaki Absorbans değerine sahip tüpü yeni şahit olarak seçiniz.

3) Girişim Etkisi Kontrolü için ekleme solusyonunun kullanımı

- Matriks etkisi kontrol edilecek numunenin analizi, kit prosedüründe belirtildiği üzere yapılır. **(Sonuç A)**
- Aynı numune, kit prosedüründe belirtilen miktarda alındıktan sonra, üzerine + 0,1 mL *Girişim Etkisi Kontrol Solusyonu* eklenerek analiz edilir. **(Sonuç B)**
- **Değerlendirme** : Geri kazanım değeri, %85-%115 arasında ise numunede girişim etkisi yoktur. Kalibrasyon kontrol standardı uygun olup, Girişim etkisi testi limit dışında ise metod uygulama hatası yoktur, fakat girişim etkisi vardır.
% Geri Kazanım = $(B - A) * 100 / \text{Eklenen Kontrol Değeri}$
- **Not**: Orijinal numunenin değeri ölçüm aralığının orta noktasından daha büyük ise, standart eklemede aralık dışına çıkmamak için seyreltme yaparak analiz ediniz.

4) Tespit Limitinin hesaplanması:

Metod kalibrasyon standardını kullanarak Saf su ortamında tespit limiti düzeyinde çözelti hazırlayınız. Bu çözelti üzerinde 7 paralel test yapınız. Elde edilen standart sapmanın 3,14 katı Minimum Tespit Limitidir.

- Asgari kontrol periyotları ve kontrol limit değerleri EPA 410.4 den alınmıştır.
- Tüm test kitlerinin Lot spesifik kalibrasyon değerlerinin farklı olabileceğine dikkat ediniz.

KOİ Ölçümlerinde Analitik Güvence Planı

❖ Hata kontrol listesi:

#	Standart çözelti ve test reaktifleri	Kontrol
1.	Son kullanım tarihi geçmemiştir.	
2.	Saklama koşulları uygundur.	
3.	Standart şişesinin kullanıma müteakip hemen ağzı kapatılmıştır.	
4.	Standart temiz olmayan pipet ucuyla temas suretiyle kirletilmemiştir.	
Pipetler		
5.	Numune hacmine en uygun pipet kullanılmıştır.	
6.	Pipet ucu ve yollarında kirlilik veya bulaşma yoktur.	
7.	Doğru bir şekilde ayarlanmıştır.	
8.	Pipet ucu yeni ve temizdir.	
9.	Pipetleme hacmi tartılarak kontrol kontrol edilmiş sonuç uygun çıkmıştır.	
Prosedür		
10.	Uygulama bilgilerine bağlı kalınmıştır.	
11.	Doğru numune veya standart hacmi alınmıştır.	
12.	Numune veya standart eklendikten sonra karıştırma işlemi yapılmıştır.	
13.	Termoreaktör 148 °C de 2 saat olarak ayarlanmıştır.	
14.	Termoreaktörden alındıktan yaklaşık 3 dk. sonra tüpler karıştırılmış ve kendi halinde soğumaya bırakılmıştır.	
15.	Okuma öncesi tüpler tekrar karıştırılarak ortam berraklığı giderilmemiştir.	
16.	Tüpler ölçüm öncesi temiz kuru bir bezle silinmiştir.	
Fotometrik ölçüm		
17.	Uygun dalga boyu seçilmiş veya program uyumlu cihaz uygun metoda ayarlanmıştır.	
18.	Cihazın kalibrasyon süresi geçmemiştir.	
19.	Işık yolunda yabancı madde ve toz engeli yoktur.	
20.	Işık almayan ortamda 6 aydan daha az olarak saklanmış olan şahit kullanılmıştır. (Şahit gerektiren fotometreler için)	