

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	1 / 12

1. AMAÇ

Bu dokümanda TGS – TGS.02.2025 kodu ile düzenlenen yeterlilik testi programında izlenecek yöntemler tarif edilmektedir.

2. KAPSAM

Bu doküman TGSKMAE tarafından, TS EN ISO / IEC 17043 standardında tanımlı “ Sürekli, eşzamanlı, nicel, ayırık numune programları” şartlarına uygun olarak planlanan yeterlilik testi programını kapsar. 2025 yılı 2. çevrimi aşağıdaki parametrelerde/paketlerde planlanmıştır.

Yeterlilik Testi Kodu	Kapsam	Parametre
TGS – TGS.02. 2025-1	Gübreler (Kimyevi Gübreler)	Paket-2 Amonyak Azotu Toplam Azot (Amonyak ve Nitrat azotu)

3. SORUMLULUKLAR VE ÇEVİRİM AKIŞI

Yeterlilik Testi Çevrim Koordinatörü	Nahide NARİN ÖĞEN, Dr. Ebru ÇULHACI
Yeterlilik Testi Numunesi Seçim ve Tedarik Görevlisi	Dr. Yasemin DEMİR, İlhan GÜNGÖR, Nahide NARİN ÖĞEN,
Yeterlilik Testi Numunesi Ön Hazırlık Görevlisi	İlhan Güngör, Dr. Ebru ÇULHACI
Yeterlilik Testi Numunesinin Hazırlanması Görevlisi	Nahide NARİN ÖĞEN, Dr. Yasemin Demir
Homojenite ve Stabilitate Testleri Koordinasyon Görevlisi	İlhan GÜNGÖR
Yeterlilik Testi Veri Kabul, Kayıt ve Lojistik Görevlisi	İsmail UĞURLU, Nahide NARİN ÖĞEN
Yeterlilik Test Analiz Sonuçlarının İstatistikî Analizlerinin Yapılması ve Raporlanması Görevlisi	Nahide NARİN ÖĞEN, Dr. Ebru ÇULHACI, Dr. Yasemin DEMİR,

	Planlanan Tarih	Gerçekleşme Tarihi	Sorumlu	Açıklama
Çevrimin Duyurulması	08.07.2025		Nahide NARİN ÖĞEN	
Son Başvuru	18.07.2025		İsmail UĞURLU	
Numunelerin Seçimi ve Tedariki	08.07.2025		İlhan GÜNGÖR	
Numunenin Hazırlanması	10.07.2025		Dr. Ebru ÇULHACI	
Homojenite Testleri	18.07.2025		İlhan GÜNGÖR	
Numunelerin paketlenme ve Gönderilmesi	28.07.2025		Nahide NARİN ÖĞEN Dr. Ebru ÇULHACI	
Analiz Sonuçlarının Teslim Alınması	11.08.2025		İsmail UĞURLU	

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	2 / 12

Stabilite Testleri	11.08.2025		İlhan GÜNGÖR	
Sonuçların Değerlendirilmesi	15.08.2025		Nahide NARİN ÖĞEN Dr. Ebru ÇULHACI	
Raporların Gönderilmesi	28.08.2025		Nahide NARİN ÖĞEN Dr. Ebru ÇULHACI	
TGSKMAE Yeterlilik Test Sonucunu Teslim Tarihi	04.08.2025		Vecihe İNCİRKUŞ	

3. TAŞERON

TGSKMAE tarafından düzenlenen yeterlilik testi programında taşeron kullanılmamaktadır.

4. KATILIM KRİTERLERİ

- TGSKMAE tarafından düzenlenen yeterlilik testi programına, performanslarını değerlendirerek, kendilerini yetki aldıkları yasal kuruluşlara ya da müşterilerine kanıtlamak isteyen tüm deney laboratuvarları katılabilir.
- TGSKMAE tarafından düzenlenen yeterlilik testi programına katılmayı planlayan laboratuvarların, başvuru formunda belirtilen hesap numarasına ücreti yatırdıktan sonra başvuru formunu doldurup imzalı olarak dekont ile birlikte tarafımıza e-posta ve kargo yolu ile göndermeleri halinde başvuruları gerçekleşmiş olur. Fatura numuneler ile birlikte gönderilir.

Not: Ücret yatırılırken dekontta açıklama kısmına yeterlilik testi katılım ücreti bilgisi yazılmalıdır.

- Yeterlilik testi programının yürütülmesi ve sonuç değerlendirme raporlarının düzenlenmesi için katılımcı sayısının en az 4 olması planlanmaktadır. Katılımın planlanan sayıdan az olması durumunda çevrim ileri bir tarihe ertelenerek katılımcılar bilgilendirir veya katılım ücretleri iade edilir.
- Numunelerin ve raporların katılımcılara gönderilmesi ve katılımcılar tarafından tarafımıza gönderilen çevrimle ilgili her türlü kargo masrafı Kurumumuza aittir.

5. ÖLÇÜM PARAMETRELERİ

Yeterlilik testi programı kapsamındaki ölçüm parametreleri aşağıda verilmiştir:

Kimyasal gübrede; Paket-2 [Amonyak Azotu, Toplam Azot (Amonyak ve Nitrat azotu)] Analizleri,

6. YETERLİLİK TESTİ NUMUNELERİ

Kimyevi Gübre Numuneleri

Düzenlenecek olan yeterlilik testi parametreleri ve katılımcı sayısına göre içeriği ve miktarı belirlenen kimyevi gübre numunesi/numuneleri piyasadan temin edilir.

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	3 / 12

Kimyevi Gübre Denetim Yönetmeliği Ek-3 Metot 1’de belirtildiği şekilde hızla 0.5 mm’lik deliğe sahip bir elekten elenir (Çevrimde farklı numuneler karıştırılarak kullanılacaksa, karıştırma işleminden sonra elenir). Elek üzerinde kalan kalıntı kaba bir şekilde öğütülür, biraz ince öğütülmüş parçaların kalmasına izin verilir ve tekrardan elekten elenir. Öğütme işlemi sırasında maddenin ısınmamasına dikkat edilir. Bu işlem hiçbir kalıntı kalmayınca kadar üst üste birkaç defa tekrar edilir. Bu arada bileşen maddelerden herhangi birinde bir kayıp meydana gelmemesi için eleme işlemi hızlı yapılmalıdır (su, amonyak gibi). Tüm materyal tekrar tekrar karıştırılarak homojen hale getirilir.

Homojen hale geldiği düşünülen kimyevi gübre numunesi dörtleme metodu ile eş parçalara bölünür, yeterlilik testi parametreleri göz önüne alınarak belirlenen miktarı içerecek şekilde yüksek yoğunluklu polietilen şişelere konur.

TEST NUMUNELERİNİN NUMARALANDIRILMASI ve ETİKETLEME

TGSKMAE tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinde, numunelerin izlenebilirliğin kolaylıkla sağlanabileceği, geriye dönük rapor ve numune bilgilerine kolay ulaşım sağlarken olası bir karışıklığı önleyebilecek bir kodlama sistemi kullanılır.

Örnek bir kodlama şu şekildedir:

TGS – TGS.02.2025 – 001A

TGS: Toprak /Gübre/ Sulama suyu örneği (Kurum tarafından belirlenen kod)

01: Düzenlenen yeterlilik testi dönemini

2025 - 001: Yeterlilik testinin düzenlendiği yıl ve şişe sıra numarası

A: Farklı numunelerin tanımlanması için kullanılan harf kodu

TGS – TGS.02.2025 kodlu çevrimde

C: Kimyasal Gübre numunesini ifade eder.

ifade eder.

Etiketler numunelerin ambalajlarına, çevrim boyunca çıkmadan okunabilir kalmasını sağlayacak şekilde plastik şişe üzerine yapıştırmak suretiyle yapılır.

7. HOMOJENİTE ve STABİLİTE

Yeterlilik testi programlarında her katılımcının birbiriyle karşılaştırılabilir özellikte yeterlilik testi numunesini almasını sağlamak için katılımcılara gönderilecek numunelere homojenite ve stabilite testleri uygulanır. Sonuçlar homojenite ve stabilite takip formuna işlenerek takip altına alınır.

8.1 Homojenite Kontrolü

- $3 \times (\sqrt[3]{n})$ formülü kullanılarak (n, katılımcı sayısı) homojenite testine tabi tutulacak örnek sayısı belirlenir.

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	4 / 12

- Kendall ve Smith Tesadüfi Sayılar Tablosu kullanılarak belirlenen örnek sayısı kadar şişe seçilir. Seçilen örnek numaraları Homojenite ve Stabilitate Takip Formuna kaydedilir.
- Bu şişeler eş iki porsiyona ayrılır, şişelenir ve rastgele sıralanarak numara verilerek yeniden etiketlenir. Etiket numaraları Homojenite ve Stabilitate Takip Formundaki numaralar ile eşleştirilerek kaydedilir.
- Her bir şişe t ile temsil edilir.
Bu ifadede;
t = Homojenite için seçilen örnek sıra numarası (t = 1, 2...,g)
k = Şişe porsiyonları (k= 1,2.....,m)
- Hazırlanan homojenite örnekleri NKKRB tarafından laboratuvar numarası verilerek Numune İşlemleri Prosedürüne göre ilgili laboratuvara gönderilir. Homojenite örneklerine ait sonuçlar standart analiz sonucu şablonuna uygun olarak raporlanır. Raporu teslim alacak kişi laboratuvar bölüm başkanıdır. Analizler aynı kişi tarafından tekrarlanabilirlik şartları altında yapılır. Analiz raporunun bir nüshası laboratuvar bölüm başkanı tarafından Çevrim Koordinatörüne teslim edilir. Sonuçlar Homojenite ve Stabilitate Takip formu aracılığı ile kayıt altına alınır. Analiz sonuçlarından The International Harmonized Protocol (IUPAC) ve TS ISO 13528 – 2015' te verilen formüller kullanılarak hesaplamalar yapılır.
- Öncelikle verilere Cochran's testi uygulanarak sapan değer varsa atılır. Sapan değer en fazla, tekrar sayısının % 20' si kadar olabilir.
- Hedef standart Sapma The International Harmonized Protocol (IUPAC)'ta verildiği şekilde aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$\begin{aligned}
 &0,22 * c \quad \text{eğer } c < 1,2 * 10^{-7} \\
 (\delta p) = &0,02 * c \text{ } 0,8495 \quad \text{eğer } 1,2 * 10^{-7} \leq c \leq 0,138 \\
 &0,01 * c \text{ } 0,5 \quad \text{eğer } c > 0,138
 \end{aligned}$$

Daha sonra TS ISO 13528 – 2015' te verilen aşağıdaki adımlar izlenerek homojenlik testi yapılır:

Yeterlilik testi örnek porsiyonlarının ortalaması ve varyansı hesabı;

$$\bar{X} t = \frac{1}{m} \sum_{k=1}^m X_k$$

$$S^2 t = \frac{1}{m} \sum_{k=1}^m (X_k - \bar{X} t)^2$$

Örnek porsiyonları arasındaki varyans hesabı;

$$W^2 t = \frac{1}{m-1} \sum_{k=1}^m (X_k - \bar{X} t)^2$$

Genel Ortalama hesabı;

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	5 / 12

$$\bar{X} = \frac{1}{g} \sum_{t=1}^g \bar{X}_t$$

Örnek ortalamalarının varyansının hesabı

$$S^2_x = \frac{1}{g-1} \sum_{t=1}^g (\bar{X}_t - \bar{X})^2$$

Örnek içi varyans hesabı;

$$S^2_w = \frac{1}{g} \sum_{t=1}^g S^2_t$$

Birleştirilmiş varyans hesabı;

$$S^2_{s,w} = \frac{1}{g-1} \sum_{t=1}^g (\bar{X}_t - \bar{X})^2 + \left(1 - \left(\frac{1}{m}\right)\right) S^2_w = S^2_s + S^2_w$$

Örnekler arası varyans hesabı;

$$S^2_s = \frac{1}{g-1} \sum_{t=1}^g (\bar{X}_t - \bar{X})^2 - \frac{1}{m} S^2_w$$

- $S_s < \delta p^* 0,3$ ise homojenlik sağlanmıştır.
- Bu koşul sağlanmadığı takdirde;

- 1) Homojenlik kontrolünde örnekleme hatası ve tekrarlanabilirlik için ölçüt genişletmek yararlı olabilir. Bu durumlarda, aşağıdaki adımları izlenir:

$$a) \sigma^2_{all} = (0,3\sigma_{pt})^2$$

$$b) c = F1\sigma^2_{all} + F^2s^2_w$$

$$c) SS < \sqrt{c} \text{ olduğunda yeterlilik testi örneğinin homojen olduğuna karar verilir.}$$

- 2) Hedef standart sapmaya örnekler arası standart sapma (S_s) ilave edilir

$$a) \delta'p = \text{Karekök} (\delta^2p + S^2_s)$$

- b) Homojenlik sağlanmışsa, bu durumda belirlenen hedef değerin belirsizliğine örnekler arası standart sapma (S_s) ilave edilir. Performansı değerlendirmek için z' değeri kullanılır. Bu durum yeterlilik testi raporunda belirtilerek katılımcılar bilgilendirilir.

Örnek arası standart sapma (S_s), analitik standart sapmadan (SW)'den nispeten küçük olduğunda, örnek-arası varyans s^2 'nin tahmini sıklıkla negatif olur. Bu yeterlilik testi ögeleri oldukça homojen olduğu zaman beklenebilir. Bu durumda $S_s = 0$ alınır. Homojenlik sağlanamamışsa toprak/sulama suyu tekrar

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	6 / 12

kariştirilerek aynı işlemler baştan itibaren yeniden yapılır. Homojenliğin sağlanamadığı durumlarda kök neden sorgulaması yapılır ve düzeltici faaliyet gerçekleştirilir. Homojenite testi ile ilgili yapılan hesaplamaların aktarım ve excel ara kontrolü, yeterlilik testi çevrim koordinatörü tarafından istatistikler hesaplamalar yapıldıktan sonra, tüm değerlerin birebir kontrolü yapılarak kalite kayıt defteri aracılığı ile kayıt altına alınır.

8.2 Stabilite Kontrolü

Stabilite çalışması tarihi, katılımcılar tarafından analiz sonucunu son gönderme tarihidir. Stabilite çalışmasında homojenite çalışmasında kullanılan aynı parametre ve ölçüm metodu kullanılır. Hazırlanan yeterlilik testi numunelerinden en az 3 adet olmak üzere rastgele şişe seçilir. Numune İşlemleri Prosedürüne göre ilgili laboratuvara gönderilir. Analizler aynı kişi tarafından tekrarlanabilirlik şartları altında yapılır. Stabilite örneklerine ait analiz sonuçları rutin rapor formatında raporlanır. Raporu teslim alacak kişi laboratuvar bölüm başkanidir. Analiz raporunun bir nüshası laboratuvar bölüm başkanı tarafından Çevrim Koordinatörüne teslim edilir. Sonuçlar Homojenite ve Stabilite Takip formu aracılığı ile kayıt altına alınır. Stabilite testinden elde edilen sonuçların ortalaması ($\bar{Y}$) hesaplanır. Homojenite testinden elde edilen sonuçların ortalaması ($\bar{X}$) ile karşılaştırılır.

Aşağıdaki eşitsizlik sağlanırsa örneklerin yeterli ölçüde kararlı olduğuna karar verilir.

$$| \bar{X} - \bar{Y} | \leq 0,3 \delta p$$

- Bu koşul sağlanamadığı takdirde aşağıdaki formüle göre stabilite kontrolü yapılır.

$$| \bar{X} - \bar{Y} | \leq 0,3 \delta p + 2\sqrt{u^2 \bar{X} + u^2 \bar{Y}}$$

- Her iki hesaplama sonucunda da stabilite koşulu sağlanamazsa performans değerlendirmesi z' skoru kullanılarak yapılır.
- Homojenite ve stabilite çalışması tamamlanan, yüksek yoğunluklu polietilen şişelerde bulunan yeterlilik testi numuneleri, Numune Saklama ve İmha Talimatına göre ilgili numune hazırlama biriminde rutin işlem gören diğer numunelerden ayrı bir bölümde kilitli odada, raflarda raporlara itiraz süresi dolana kadar saklanır.
- Stabilite testi ile ilgili yapılan hesaplamaların aktarım ve excel ara kontrolü, yeterlilik testi çevrim koordinatörü tarafından istatistikler hesaplamalar yapıldıktan sonra, tüm değerlerin birebir kontrolü yapılarak kalite kayıt defteri aracılığı ile kayıt altına alınır.
- Bu numunelerin katılımcılara dağıtımı, yeterlilik testi planı ve katılımcı bilgilendirme formu ile birlikte kargo yoluyla aynı tarihte yapılır.
- Numunelerin farklı iklimsel özelliklere sahip bölgelere gönderildiğinden taşıma ve nakil koşullarına bağlı olarak numunenin özelliklerinin değişmediğini göstermek amacıyla çevrim

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	7 / 12

dönemine ait en düşük ve en yüksek sıcaklık koşulları dikkate alınarak yapılacak ilave stabilite çalışmaları ile stabilite koşullarının devam edip etmediği kontrol edilir. Bunun dışında bu koşullar kontrollü şartlarda sağlanarak numuneler stabilite testine tabi tutulur.

8. NUMUNELERİN DEPOLANMASI ve DAĞITIMI

Madde 7’de belirtildiği şekilde hazırlanıp Homojenite ve stabilite çalışması tamamlanan, yeterlilik testi Gübre numuneleri, ilgili numune hazırlama biriminde rutin işlem gören diğer numunelerden ayrı bir bölümde kilitli odada, raflarda raporlara itiraz süresi dolana kadar saklanır. Yüksek yoğunluklu polietilen şişeler sıcaklık değişimlerine karşı dayanıklı olduğundan ara kontrolü yapılmasına gerek yoktur. Bütün numunelerin katılımcılara dağıtımı kargo ile aynı tarihte yapılır.

9. TARAFSIZLIĞIN ve GİZLİLİĞİN SAĞLANMASI

TGSKMAE tarafından düzenlenen yeterlilik testlerinde katılımcı laboratuvarlara ait sonuçların gizliliği esastır. Katılımcı laboratuvarlara ait bilgiler hiçbir şekilde üçüncü şahıslarla paylaşılmaz. Bu amaçla tüm laboratuvar personeli ve üst yönetim tarafından Gizlilik ve Tarafsızlık Beyanı imzalanır. Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara başvuru sırasına göre laboratuvar kodu olarak ayrı bir numara verilir ve katılımcı kurum / kuruluş yetkilisinin **başvuru formunda belirtilen e-posta adresine gönderilir**. Katılımcı laboratuvarlar sonuçlarını Kurum web sayfasında yayınlanan Yeterlilik Testi Sonuç Bildirim Formunun çıktısını kullanarak belirtilen e-posta adresine **mail yolu** ile gönderir. Sonuç raporunda her laboratuvar sadece kendisinin bildiği laboratuvar kodu ile tanımlanır ve sonuçlar laboratuvar kodları ile raporlanır. Katılımcı gizliliğini korumak için çevrime katılan tüm laboratuvar sonuçları tek bir raporda verilir. **Katılımcılara mail yoluyla iletilir.**

Katılımcılar, örneğin performansın iyileştirilmesi maksadı ile müzakere ve karşılıklı yardımlaşma için yeterlilik deney programında gizlilik hakkından feragat etme yolunu seçebilirler. Katılımcılar tarafından ayrıca mevzuat gereği veya tanınma maksadı ile de gizlilik haklarından feragat edilebilir.

Yeterlilik deney sonuçlarının yasal yetkiye sahip bir makam tarafından, yeterlilik deneyi düzenleyicisinden istenmesi durumunda, etkilenen katılımcılara bu durum yazılı olarak bildirilir.

TGSKMAE’ nün yeterlilik testine katılması durumunda gizliliğin ve tarafsızlığın sağlanması için yeterlilik testi numunesi, diğer numunelere uygulanan işlemlere tabii tutularak Numune İşlemleri Prosedürüne göre NKKRB aracılığı ile laboratuvara gönderilir. Analiz süresi yeterlilik testine katılan diğer laboratuvarlara analiz sonuçlarını göndermeleri için verilen tarihten bir hafta önce olarak belirlenir. Kayıtları, Yeterlilik Testi Çevrimi Planı aracılığı ile dokümanite edilir. Analiz raporunu teslim alacak kişi laboratuvar bölüm başkanıdır. Yeterlilik Testi Analiz Sonuç Formu laboratuvar bölüm başkanı tarafından doldurularak Yeterlilik Testi Çevrimi Koordinatörüne teslim edilir.

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	8 / 12

10. KATILIMCILARIN DENEYİNİ YAPACAĞI ANALİZLER

Katılımcılar kendilerine gönderilen TGS – TGS.02.2025 – C kodlu numunelerde başvuru formunda belirttikleri analizleri yapacaklardır.

11. KATILIMCILARIN İHTİYAÇ DUYACAĞI YÖNTEM VEYA PROSEDÜRLER HAKKINDA BİLGİ

Analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişiler tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilir. Laboratuvarların TGS–TGS.02.2025–C kodlu numunelerde uygulayacakları yöntemler aşağıda açıklandığı gibidir.

Parametre	Yöntem
Kimyevi Gübrede Amonyak Azotu	TS EN 15475 (Gübrelerin Piyasa Gözetimi ve Denetimi Yönetmeliği, EK-2 Yöntem 2.1)
Kimyevi Gübrede Toplam Azot (Amonyak ve Nitrat azotu)	TS EN 15476 (Gübrelerin Piyasa Gözetimi ve Denetimi Yönetmeliği, EK-2 Yöntem 2.2.3)

12. MUHTEMEL HATA KAYNAKLARI

Analizlerde karşılaşılabilecek muhtemel hata kaynakları;

- Analiz yapan personelin tecrübesizliği,
- Analiz yapan personelin dikkatsizliği,
- Analizde kullanılan cihazların, alet ekipmanın analiz gerektirdiği hassasiyette ölçüm yapmaması,
- Cihazlarda kalibrasyon takiplerinin ve uygunluk kontrollerinin yapılmaması,
- Ortam şartlarının analizin doğru sonuçlandırılmasını etkilemesi,
- Sehven yapılan maddi hatalar,
- Elde edilen analiz verilerinin doğru hesaplanamaması vb

13. MUHTEMEL KATILIMCI SAYISI, PARAMETRELERİN ALT-ÜST DEĞER ARALIĞI, YETERLİLİK TESTİ NUMUNE SAYISI

Parametre	Muhtemel Katılımcı Sayısı	Alt-Üst Değer Aralığı	Numune Sayısı
Kimyevi Gübrede Amonyak Azotu	10	*	20
Kimyevi Gübrede Toplam Azot (Amonyak ve Nitrat azotu)	10	*	20

*Rutinde Çalışılan/Piyasadan Temin Edilen Örnek Değerleri

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	9 / 12

14. KATILIMCILAR TARAFINDAN KULLANILACAK ANALİZ SONUCU RAPOR FORMATI

Katılımcılar kurum web sayfasında yayınlanmış olan Yeterlilik Testi Analiz Sonuç Formunun çıktısını kullanarak sonuçlarını virgülden sonra iki haneli ve belirtilmiş olan birimler cinsinden vereceklerdir.

15. RAPORLAR

Raporlarda; yeterlilik testi programı hakkında detaylı bilgi, yeterlilik testinin amaçları, numuneye ait bilgiler, performans değerlendirmeleri ve kullanılan istatistiki yöntemler, parametre bazında her katılımcının sonucunun ve z-skorunun yer aldığı laboratuvar kodu ile verilen tablolar yer almaktadır.

Katılımcılara imzalı raporlar kargo yolu ile gönderilir. Yeterlilik testi programı süresince katılımcılara herhangi bir ara rapor sunulmaz, katılımcılara sonradan verilmesi gereken bilgiler söz konusu olduğunda elektronik posta kullanılır.

Katılımcılara sunulan raporlarda aşağıdaki başlıklara yer verilmektedir:

- Yeterlilik testi düzenleyicisinin adı ve detaylı iletişim bilgileri,
- Koordinatörün adı ve detaylı iletişim bilgileri,
- Raporu hazırlayan yetkililerin adları, görevleri ve imzaları,
- Varsa yeterlilik testi tarafından alınan taşeron hizmeti,
- Raporun düzenlenme tarihi,
- Sayfa numaraları, rapor numarası,
- Sonuçları gizliliği kapsamı ile ilgili beyan,
- Yeterlilik test programının beyanı,
- Kullanılan yeterlilik test numunesinin; hazırlanması, homojenliği ve stabilite değerlendirmesinin ayrıntılı olarak beyanı,
- Katılımcı sonuçları,
- Atanmış değerler ve belirlenmesinde kullanılan yöntemler,
- İstatistiki veri, özetler ve kullanılan yöntem,
- Atanmış değer ölçüm belirsizliği ve kullanılan prosedür,
- Katılımcı performansları ile ilgili yorumlar,
- Muhtemel hata kaynakları
- Yeterlilik testi programının tasarımı ve uygulanması ile ilgili bilgi,
- Yeterlilik deney turu sonuçları hakkında yorum ve öneriler.

16. İSTATİSTİKSEL YÖNTEMLER

Yeterlilik testi programının kapanmasından sonra elde edilen sonuçlara katılımcı sayısına göre istatistiksel olarak TS ISO 13528 – 2015’de belirtilen yöntemler uygulanır. Katılımcı sayısı 2’den az ise istatistiki değerlendirme yapılmaz. Katılımcı sayısı 2 ise, atanmış değer Hamble metodu kullanılarak

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	10 / 12

standart sapma, $|x_1 - x_2| / \sqrt{2}$ formülü ile, katılımcı sayısı 3 ise atanmış değer hample metodu kullanılarak, standart sapma MADe yöntemi ile, Katılımcı sayısının $4 \leq p < 12$ olması durumunda, atanmış değer ortanca veya Hample metodu kullanılarak, hedef standart sapma, “M-Estimator” metodu kullanılarak hesaplanır. Katılımcı sayısı 12 ve daha fazla ise robust testle Algoritma A kullanılarak hedef standart sapma, ortalama ve z skoru hesaplanır. Katılımcı sonuçlarında sapan değer sayısı %20’den az olmalıdır, %20’den fazla ise Q/Hampel metodu kullanılarak ortalama ve standart sapma hesaplanır.

Uygulama sürecinde aşağıdaki adımlar izlenir:

Algoritma A metodunun uygulanması:

- Katılımcılara ait p adet veri (teslim edilen sonuçlar) en küçükten en büyüğe artan şekilde aşağıdaki gibi sıralanır:

$$X^1, X^2, \dots, X^p$$

- Bu verilere ait robust ortalama (X^*) ve robust standart sapma (S^*) öncül değerleri aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$X^* = \text{verilerin medyanı (i= 1, 2, ..., p)}$$

$$S^* = 1,483 * \text{Medyan } |X^i - X^*|$$

- Bu öncül değerler hesaplandıktan sonra sapma aralığı hesaplanır

$$\varphi = 1,5 S^*$$

- Bu değer kullanılarak her bir X^i (i = 1, 2, ..., p) değeri için yeniden aşağıdaki gibi X_i^* değerleri hesaplanır.

$$\begin{aligned} X_i^* &= X^* - \varphi & \text{eğer } X^i < X^* - \varphi \\ X_i^* &= X^* + \varphi & \text{eğer } X^i > X^* + \varphi \\ X_i^* &= X^i & \text{değiştirilmez} \end{aligned}$$

- Bu yeni değerler (X_i^*) kullanılarak yeni robust ortalama (X^*) ve robust standart sapma (S^*) aşağıdaki gibi hesaplanır:

$$X^* = \sum X_i^* / p$$

$$S^* = 1,134 \sqrt{\sum (X_i^* - X^*)^2 / (p - 1)}$$

- Sapma aralığı yeniden hesaplanır
- Bu son belirlenen değerlere, yakınsama olana kadar iteraktif (yinelemeli) hesaplama yöntemi uygulanır ve her iki değerde de üçüncü anlamlı rakamda, bir yinelemeden diğerine değişiklik olmadığı anda yakınsama gerçekleşmiş kabul edilir.

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	11 / 12

- Bu işlemler sonucu elde edilen robust ortalama (X^*), yeterlilik testi programının atanmış değeri ve robust standart sapma (S^*) ise yeterlilik testi programının standart sapması olarak (δ) kullanılır.

17. ATANMIŞ DEĞER BELİRSİZLİĞİ

TGSKMAE tarafından düzenlenen yeterlilik testi programlarının atanmış değerlerine ait standart belirsizlik aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanır: (TS ISO 13528 – 2015)

$$U_x = 1,25 * S^* / \sqrt{p}$$

18. PERFORMANS DEĞERLENDİRMESİ

TGSKMAE tarafından düzenlenen yeterlilik testi programlarının sonunda katılımcıların performanslarının değerlendirilmesinde istatistiksel yöntem olarak z-skoru ya da z'-skoru (atanmış değer belirsizliğinin ihmal edilemediği durumlar için) kullanılır.

Sonuçların z-skor yöntemiyle değerlendirilebilmesi için yeterlilik testi programının atanmış değerinin standart belirsizliğinin U_x , aşağıdaki eşitsizliği sağlaması ve dolayısıyla da ihmal edilebilir boyutta olması gerekmektedir:

$$U_x \leq 0,3 \delta$$

Bu eşitsizlik sağlandığı takdirde aşağıdaki formülden her bir katılımcı sonucu (x) için z-skor değeri hesaplanır: (IUPAC 2006)

$$Z = \frac{(X - X^*)}{\delta}$$

X^* = Atanmış Değer

δ = Yeterlilik Testi Ataması için Standart sapma

Eğer yukarıdaki eşitsizlik sağlanmazsa, atanmış değere ait belirsizliğin U_x ihmal edilemeyecek boyutta olduğu anlamına gelip z-skor yerine aşağıda formülü verilmiş z'-skor değerleri kullanılarak performans hesaplanır:

$$z' = \frac{X - X^*}{\sqrt{\delta^2 + U_x^2}}$$

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.

	YETERLİLİK TESTİ ÇEVİRİMİ PLANI	Yayın Tarihi	09.01.2017
		Dök.No	PL.YT.4.04-01
		Rev.No/Tarihi	3/05.03.2024
		Sayfa No	12 / 12

Aşağıda verilen ölçütlere göre z-skor ya da z'-skor değerlendirilerek katılımcı laboratuvarların söz konusu yeterlilik testi turunda gösterdikleri performanslar hakkında şu yorumlarda bulunulabilir:

$|z|$ veya $|z'| \leq 2$ ise katılımcının kullandığı analiz metodu uygundur.

$2 < |z|$ veya $|z'| < 3$ ise katılımcının kullandığı analiz metodu kabul edilebilir özelliktedir, ancak problemin irdelenmesi tavsiye edilir.

$|z|$ veya $|z'| \geq 3$ ise katılımcının kullandığı analiz metodu kabul edilemez özelliktedir, düzeltici faaliyet uygulanması tavsiye edilir.

19. YETERLİLİK DENEY NUMUNELERİNİN KAYBOLMASI VEYA HASAR GÖRMESİ

Yeterlilik testi numuneleri dağıtılmak üzere kargoya verildikten sonra, katılımcılardan numuneleri teslim aldıklarına ilişkin teyit bildirisini, numune ellerine geçtikten sonra 5 iş günü içerisinde e-posta yoluyla iletmeleri talep edilir. Bu süre içerisinde bildirimde bulunmayan katılımcıların numuneyi aldıkları varsayılır.

Yeterlilik testi numunelerinin kargoyla taşınması sırasında oluşabilecek herhangi bir dökülme, kırılma, akma gibi nedenden dolayı katılımcıların eline kullanımı mümkün olmayan numuneler geçtiğinde, katılımcıların bu duruma itirazlarını kargo ellerine geçer geçmez 3 gün içerisinde TGSKMAE'ne bildirmeleri beklenir. Bildirim için bu 3 günlük süre aşıldığı takdirde, katılımcılara yeni numune gönderilmez.

Numuneler teslim alındıktan sonra, katılımcılar tarafından kullanılmaları esnasında dökülme, kırılma gibi nedenlerden dolayı zarar gördüğünde yeni numune alabilirler. Bu gibi durumlarda test sonuçlarının teslim tarihlerinde uzatma yapılmaz.

Katılımcı laboratuvarların birbiri ile ortak çalışması, analiz sonuçlarını teslim tarihinden önce birbiri ile paylaşmaları tarafımızdan fark edilebilecek hususlar değildir. Bu gibi bir durumun olduğu kesin olarak ispatlanırsa ilgili katılımcı/lar yeterlilik testi çevriminden çıkarılır ve ücret iadesi yapılmaz. Bir sonraki çevrim başvurusuna katılım başvurusu kabul edilmez.

Hazırlayan	Kontrol Eden ve Onaylayan
Nahide NARİN ÖĞEN Kalite Yöneticisi	Mahmut Sami ÇİFTÇİ Enstitü Müdürü V.