



MADEN TETKİK VE ARAMA GENEL MÜDÜRLÜĞÜ  
MADEN ANALİZLERİ VE TEKNOLOJİSİ DAİRESİ BAŞKANLIĞI

**METOTLARIN SEÇİLMESİ, DOĞRULANMASI  
VE GEÇERLİ KILINMASI PROSEDÜRÜ**

Dok. No: KY.PR.7.2

Yayın Tarihi: 18.09.2018

Rev. No./Tarih: 04/ 01.11.2018

Sayfa No: 1/5

## 1. AMAÇ

Analiz/Test metotlarının belirlenmesinde ve geçerli kılınmasında izlenen yöntemi açıklamaktır

## 2. KAPSAM

Analiz/test metotlarının seçilmesi, doğrulanması ve geçerli kılınması ile ilgili işlemlerin tümünü kapsar.

## 3. KISALTMALAR VE TANIMLAR

ASTM	: Amerikan Test ve Malzemeler Birliği (American Society for Testing and Material)
EURACHEM	: Avrupa Analitik Kimya Laboratuvarları Birliği (A Focus for Analytical Chemistry in Europe)
ISO	: Uluslararası Standartlar Örgütü (International Organization for Standardization)
TS	: Türk Standardı
Doğrulama	: Objektif delilin sağlanması yolu ile belirlenen şartların yerine getirildiğinin kanıtlanmasıdır.
Geçerli Kılma	: Bir ölçüm prosedürünün belirlenen amaçlara uygunluğunun objektif olarak test edilerek yazılı delillerle kanıtlanmasıdır.

## 4. İLGİLİ DOKÜMANLAR

EURACHEM The Fitness for Purpose of Analytical Methods - A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics

TURKLAB Rehber 01 Kimyasal Analizlerde Metot Validasyonu ve Verifikasyonu

KY.PR.8.4 Kayıtların Kontrolü Prosedürü

KY.FR.7.2/R Metot Validasyonu Raporu

## 5. UYGULAMALAR

### 5.1 Genel

5.1.1 Maden Analizleri ve Teknolojisi Dairesi, analiz/testte kullandığı metotları Analiz/Test ve Kalibrasyon Hizmet Kataloğu'nda belirterek müşterinin bilgilenmesini sağlar. Müşteri, aynı alanda birden fazla analiz/test metodu varsa talep ettiği metodu katalogdan seçerek Numune Kabul Birimi'ne bildirir. Müşteri tarafından önerilen metodun uygun olmadığı veya yürürlükten kaldırılmış olduğu durumlarda müşteri bilgilendirilir. Müşteri kullanılacak metodu belirtmemişse laboratuvarlar analiz/testlerde tercihen

HAZIRLAYAN

Aydan ÇALIK  
Kalite Yöneticisi

ONAYLAYAN

Akan GÜLMEZ  
Daire Başkanı



MADEN TETKİK VE ARAMA GENEL MDRLĖ  
MADEN ANALİZLERİ VE TEKNOLOJİSİ DAİRESİ BAŞKANLIĖI

**METOTLARIN SEÇİLMESİ, DOĖRULANMASI  
VE GEÇERLİ KILINMASI PROSEDR**

Dok. No: KY.PR.7.2

Yayın Tarihi: 18.09.2018

Rev. No./Tarih: 04/ 01.11.2018

Sayfa No: 2/5

ulusal/uluslararası standart metotları kullanılır. Standartların en son ve geerli baskısı kullanılır. Analiz/testler metoda hakim, eĖitimi ve yetkilendirilmiř laboratuvar personeli tarafında gerekleřtirilir. Laboratuvarlar yaptıkları analiz/testlerde standart veya standart olmayan metotlar kullanılır.

## 5.2 Standart Metotlar

5.2.1 Standart metotlar; TS, ISO, ASTM gibi ulusal veya uluslararası standartlarda yer alan metotları kapsar. Kullanılan standardın yrrlkte olan en son ve geerli baskı olduėunun takibi, analiz/testi yapan yetkilendirilmiř personelin sorumluluėundadır. Bu amala ilgili personel dzenli aralıklarla yrrlkteki standardın gncelliėi takip eder, deėiřlik olursa Birim Yneticisine durumu bildirerek yeni standardın alınmasını saėlar. Ulusal/uluslararası standartlardan bařka gvenilir bir teknik kuruluř tarafından veya ilgili bilimsel yayınlarda ve dergilerde yayınlanmıř olan veya cihazı imal eden firma tarafından belirtilmiř olan uygun metotlar da kullanılabilir. Analiz/Testlerde ulusal/uluslararası standart metot kullanıldıėında bu metotların standart hazırlama kuruluřları tarafından geerli kılındıėı kabul edildiėi iin sadece doėrulama iřlemi yapılır. Doėrulama, metotta belirtilen tm deneysel řartlar saėlandıktan sonra analiz/test iin uygun referans numuneler kullanılarak tekrarlanabilirlik ve tekrar retilbilirlik řartlarının saėladıėının teyit edilmesi yoluyla yapılır. Standartta revizyon olduėu belirlendiėinde doėrulama iřlemi tekrarlanır.

## 5.3 Standart Olmayan Metotlar

5.3.1 Standart olmayan metotlar; Laboratuvar tarafından tasarılanmıř/geliřtirilmiř metotları ve ilavelerle takviye edilmiř veya deėiřtirilmiř standart metotları kapsar. Bu metotlar hizmet vermeye bařlanmadan nce geerli kılınır. Bu alıřmalar, planlanarak ve yeterli kaynaklarla donatılmıř yetkin personeller tarafından gerekleřtirilir.

5.3.2 Laboratuvar kullanacaėı standart olmayan analiz/test metodunu geerli kılmak iin ařaėıdaki metot stratejisini izler ve gerektiėinde gncelleřtirir:

- Metodun uygulama amacının ve kapsamının belirlenmesi,
- Metodun performans parametrelerinin ve kriterlerinin belirlenmesi,
- Geerli kılma deneylerinin tanımlanması,
- Kullanılacak cihazların performansının metot iin yeterli olup olmadıėının kontrol,
- Etv sıcaklıėı, verilen hacim gibi kontrol edilen deėiřkenlerin varyasyonu ile metodun saėlamlıėının sınanması,
- Kullanılacak maddelerin (kimyasal, standartlar) kalitesinin belirlenmesi,
- Geerli kılma ncesi n deneyler yapılması,
- Gereklik ve kesinlik derecelerinin referans standart ya da referans malzeme kullanılarak deėerlendirilmesi veya kalibre edilmesi,

HAZIRLAYAN	ONAYLAYAN
Aydan ALIK Kalite Yneticisi	Akan GLMEZ Daire Bařkanı



MADEN TETKİK VE ARAMA GENEL MDRLğ  
MADEN ANALİZLERİ VE TEKNOLOJİSİ DAİRESİ BAŞKANLIĞI

**METOTLARIN SEÇİLMESİ, DOĞRULANMASI  
VE GEÇERLİ KILINMASI PROSEDR**

Dok. No: KY.PR.7.2

Yayın Tarihi: 18.09.2018

Rev. No./Tarih: 04/ 01.11.2018

Sayfa No: 3/5

- n deney sonularına gre metot parametrelerinin ve kabul kriterlerinin deęerlendirilmesi,
- Tm geerli kılma deneylerinin yapılması,
- Metodun rutin kullanımı iin uyulması gereken iřlemlerin belirlenmesi,
- Tekrar geerli kılma iin gerekli kriterlerin belirlenmesi,
- Kalite kontrol ve uygulama periyodunun belirlenmesi,
- Metot Validasyonu Raporu'nun hazırlanması.

5.3.3 Geerli kılma sırasında gz nne alınan performans parametreleri řunlardır:

- Seicilik: Metodun bir karışımın ya da matriksin iindeki belirli analitleri benzer davranış gsteren dięer bileřimlerin giriřimi olmadan belirleme kapasitesidir.
- Doğruluk: Bir test sonucunun kabul edilen referans deęere yakınlık derecesidir. Doğruluęu tanımlamak iin iki terim geeklik ve kesinlik kullanılır.
  - a) Geeklik: llen deęerlerin ortalamasının geek deęere yakınlık derecesidir.
  - b) Kesinlik: řart kořulan durumlar altında elde edilen bağımsız test sonuları arasındaki uyum derecesidir. İki řekilde belirlenebilir:
    - i) Tekrarlanabilirlik: Aynı lm kořulları altında geekleřtirilen, llen aynı byklęe ait birbirini izleyen lm sonuları arasındaki yakınlık derecesidir. Aynı lm kořulları: aynı metot, kiři, cihaz, laboratuvar ve kısa zaman aralıęını kapsar.
    - ii) Tekrar retilbilirlik: Farklı lm kořulları altında geekleřtirilen aynı llen byklęe ait birbirini izleyen lm sonuları arasındaki yakınlık derecesidir. Farklı lm kořulları: aynı metot, fakat farklı kiři, cihaz, laboratuvar ve kısa olmayan zaman aralıęını kapsar.
- alıřma Aralıęı: Belirli kořullar altında, belirsizlięi bilinen bir lm cihazı ya da lm sistemi ile llebilir aynı tr byklklere ait deęerler kmesidir.
- Doğrusal Aralık: Kalibrasyon grafięinin doęrusal olduęu deřiřim aralıęıdır.
- Hassasiyet: lm sisteminin sinyal deęerinin llen byklęn deęerine oranıdır.
- Algılama Sınırı: Bir lm sistemi ile belirlenebilen en dřk deęerdir.
- lm Sınırı: Uygun doęruluk ve kesinlikle miktarı saptanabilen en kk deřiřimdir.
- Saęlamlık: Metodu uygularken kořullardaki deęiřimin analiz sonucuna etkisinin lsdr.

Geerli kılmada EURACHEM'in metot geerli kılınması ile ilgili yayınlamış olduęu "The Fitness for Purpose of Analytical Methods - A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics" rehberinden, literatrde mevcut dięer dokmanlardan ve metot geerli kılma eęitim notlarından yararlanılır. Metodu geerli kılma iřlemi, metot geerli kılma eęitimi almış ve sertifikasına sahip laboratuvar personeli tarafından yapılır.

HAZIRLAYAN

Aydan ALIK  
Kalite Yneticisi

ONAYLAYAN

Akan GLMEZ  
Daire Bařkanı



MADEN TETKİK VE ARAMA GENEL MÜDÜRLÜĞÜ  
MADEN ANALİZLERİ VE TEKNOLOJİSİ DAİRESİ BAŞKANLIĞI

**METOTLARIN SEÇİLMESİ, DOĞRULANMASI  
VE GEÇERLİ KILINMASI PROSEDÜRÜ**

Dok. No: KY.PR.7.2

Yayın Tarihi: 18.09.2018

Rev. No./Tarih: 04/ 01.11.2018

Sayfa No: 4/5

#### 5.4 Tekrar Geçerli kılma/Doğrulama Yapma

##### 5.4.1 Tekrar geçerli kılma/doğrulama yapılması gereken durumlar;

- Yeni Cihaz Kullanılması: Yeni bir cihaz kullanılmaya başlandığında; ölçüm aralığı, doğrusal aralık, algılama sınırı, ölçüm sınırı ve kesinlik tekrar edilir.
- Yeni Personelin Çalışması: Yeni ve aynı zamanda yetkin personel tarafından metot ilk kez kullanıldığında; ölçüm sınırı, gerçeklik ve kesinlik çalışmaları yapılır.
- Yeni Matrisle Çalışılması: Analiz/Test metodunda belirtilenlerin dışında bir matrisle çalışılması durumunda; seçicilik, gerçeklik, kesinlik, algılama sınırı ve ölçüm sınırı tekrar edilir.
- Metotta Değişiklik Yapılması: Analiz/Test metodunda minör ya da daha ileri seviyede değişiklik yapılıyorsa; algılama sınırı, seçicilik, gerçeklik ve kesinlik gözden geçirilir.
- Laboratuvarın Taşınması: Analiz/Test yapılan alanda değişiklik olduğu zaman; ölçüm sınırı, doğrusal aralık ve kesinlik gözden geçirilir.
- Yeni Kimyasal Maddeler Kullanılması: Yeni bir üreticiden alınan veya lotları arasında büyük farklılıklar olması muhtemel yeni kimyasal maddelerle analiz/test yapıldığında; algılama sınırı ve hassasiyet gözden geçirilir.
- Metodun Uzun Süre Kullanılmaması: Bir metot uzun süre kullanılmamışsa; ölçüm sınırı, gerçeklik ve kesinlik gözden geçirilir.

#### 5.5 Raporlama

5.5.1 Laboratuvar, standart ve standart olmayan analiz/test metotlarını doğruladığını veya geçerli kıldığını Metot Validasyonu Raporu hazırlayarak belgeler. Metot Validasyonu Raporu aşağıdaki maddeleri kapsar:

- Metodun kapsamı,
- Numune matrisleri ve girişimler,
- Reaktifler ve standartlar,
- Kalite kontrol,
- Metot parametreleri,
- Cihazlar ve ekipmanlar,
- Numune hazırlama,
- Yöntem,
- Geçerli kılma verileri,
- Belirsizlik hesapları,
- Hazırlayan kişi.

HAZIRLAYAN

Aydan ÇALIK  
Kalite Yöneticisi

ONAYLAYAN

Akan GÜLMEZ  
Daire Başkanı



MADEN TETKİK VE ARAMA GENEL MDRLĖ  
MADEN ANALİZLERİ VE TEKNOLOJİSİ DAİRESİ BAŞKANLIĞI

**METOTLARIN SEÇİLMESİ, DOĞRULANMASI  
VE GEÇERLİ KILINMASI PROSEDR**

Dok. No: KY.PR.7.2

Yayın Tarihi: 18.09.2018

Rev. No./Tarih: 04/ 01.11.2018

Sayfa No: 5/5

6. ARŞİV VE KAYITLAR

**Tm kayıtlar, ‘‘Kayıtların Kontrol Prosedr’’ne uygun olarak muhafaza edilir.**

7. REVİZYONLAR

‘‘Metotların Seilmesi, Doğrulanması ve Geçerli Kılınması Prosedr’’nde, ihtiyaca binaen yapılan revizyonlar ařaĖıda verilen tabloda gsterilir.

Revizyon No./ Tarih	Sayfa No	Revizyon Nedeni
01/ 18.09.2009	2, 4	5.3.1 ve 5.5 maddelerinde deĖişiklik
02/ 18.11.2009	4	6. maddede deĖişiklik
03/ 11.05.2017	1, 3, 4	4. maddede deĖişiklik 5.3.2 maddesinde deĖişiklik ve ilave Yeni bir maddenin (5.4) eklenmesi
<b>04/ 01.11.2018</b>	<b>Tm</b>	<b>Dokman numarası, adı ve Madde 6’da deĖişiklik.</b>

HAZIRLAYAN

Aydan ÇALIK  
Kalite Yneticisi

ONAYLAYAN

Akan GLMEZ  
Daire Başkanı