



Food and Agriculture
Organization of the
United Nations

Küresel Toprak Laboratuvarı Ağı: Yeterlilik testi için toprak numunesi hazırlığına ilişkin temel yönergeler



Küresel Toprak Laboratuvarı Ađı: *Yeterlilik testi için toprak numunesi hazırlığına ilişkin temel yönergeler*

Yazarlar

Charles Gowing

İngiliz Jeolojik Arařtırmaları, Birleşik Krallık

Nopmanee Suvannang

GLOSOLAN Başkan, Tayland

Christian Hartmann

Fransa Ulusal Arařtırma Enstitüsü, Fransa

Teşekkür

GLOSOLAN, bu kılavuzların ve GLOSOLAN'ın yeterlilik testi örnek sağlayıcıları için bilgi gönderme formunun yazılmasında liderlik yaptıkları için Birleşik Krallık İngiliz Jeoloji Arařtırma Birimi'nden Bay Charles Gowing'e teşekkür etmektedir. GLOSOLAN ayrıca bu belgenin içeriği ve yapısı hakkında yapıcı girdiler sağlayan; Wageningen Üniversitesi Toprak Laboratuvarları'ndan Bayan Winnie van Vark'a (Hollanda), Avustralya Çevre ve Bilim Bölümü'nden Bay Rob de Hayr'e, (Avustralya), Laboratorio de Suelos'tan Bayan Miriam Ostinelli CIRN-CNIA-INTA'ya (Arjantin), Kellogg Toprak Arařtırma Laboratuvarı (Amerika Birleşik Devletleri), Toprak, Bitki, Su ve Gübre Analizi Laboratuvarı'ndan Bayan Yvette Clarisse Mfopou Mewouo'ye (Kamerun) ve Irak Toprak Kimyasal Analiz Laboratuvarı'ndan Sadeq Jaafar Hasan Dwenee'ye (Irak) teşekkür etmektedir.

Yeterlilik testi için numune hazırlık yönergeleri

Bu belge, laboratuvarlara yeterlilik testi için bir numunenin nasıl hazırlanacağı konusunda temel yönergeler sağlamayı amaçlamaktadır. Kaynak gereksinimlerinin yeterliliğini, dokümantasyonun önemini, numune hazırlama gereksinimlerini, homojenlik ve kararlılık testi ihtiyacını ve tanımlı etiketleme, paketlenme ve sevkiyat yöntemlerine duyulan ihtiyacı belirlemektedir.

Personel gereksinimleri

İstihdam edilen personel, her aşamada verilen görevi yerine getirmek için uygun niteliklere sahip ve eğitilmiş olmalıdır.

Altyapı gereksinimleri

Her aşamada kullanılan ekipman öğeleri amaca uygun olmalıdır. Son ürünün kalitesini etkileyecekse, kullanım için uygun olup olmadıkları kontrol edilmelidir. Özellikle potansiyel kontaminasyonun ortadan kaldırılması ve numune bütünlüğünün kaybının önlenmesi için, belirli aşamalar için gerekli çevre koşulları üzerinde kontroller yapılmalıdır.

Örnek bütünlüğünün kaybının önlenmesi ve özellikle potansiyel kontaminasyonun ortadan kaldırılması için, belirli aşamalarda gerekli çevre koşulları üzerinde kontroller yapılmalıdır.

Örnek tanımlama

Belirli bir kaynağın kullanımı, tüm kaynakların (personel ve tesisler) uygun ve kullanılabilir olmasını sağlamak için yerel yönetici veya yetkili bir kişi tarafından yetkilendirilmelidir. Örnek tanımlayıcı benzersiz ve açık olmalıdır. Olası sağlık ve güvenlik hususlarının belirlenmesi ve kaydedilmesi gerekmektedir. (A) toplanacak ve (b) yeterlilik testi (PT) programına sunulacak malzeme miktarı tanımlanmalıdır. Örnek, analiste uygun bilgi sağlayacak şekilde tanımlanmalıdır.

Belgeleme

Her aşamada gerçekleştirilen işlemler kaydedilebilir ve geri alınabilir bir şekilde saklanmalıdır. Hazırlık kayıtları, hazırlanan örneklerle birlikte merkezi şema koordinatörüne sunulmalıdır.

Fiziksel hazırlık süreci

Süreçteki tüm aşamalar planlanmalıdır.

Numune toplama

Numune toplama yöntemi kaydedilmelidir. Örnekleme sahası (yer, bitki örtüsü vb.) hakkındaki bilgilerin yanı sıra, toprak kirliliği potansiyelini belirlemek amacıyla kentsel ve endüstriyel merkezlere yakınlığıyla ilgili hususlar da dahil edilmelidir. Bu bilgi toprağın dahil edilme için uygunluğunu değerlendirmek ve zıt toprak çeşitlerinin temin edilmesini sağlamak ve gelecekte ihtiyaç duyulması halinde çoğaltılan örneklerin tedarik edilmesi için kullanılacaktır.

Malzemenin ön hazırlığı

İşlemden önce bir numuneyi önceden taramak için gerekli adımlar atılmalıdır, örn. hazırlama tesisine nakledilmek üzere ambalajlamadan önce yabancı cisimlerin numuneden uzaklaştırılması.

Tarla numunesinde yüzey organik maddesi (yani mineral toprağa katılmayan organik kalıntılar kısmı) ve kirletici malzeme bulunmamalıdır.

Özel ön hazırlık adımları kaydedilmelidir.

İlk kurutma

Numune işlenmeden önce kurutulmalıdır.

Kurutma yöntemi kaydedilmelidir.

Kurutma yöntemleri, ortam sıcaklığı yeterince sıcaksa ve nem izin verirse, fırının en fazla 40°C'ye kadar kurumasını veya en fazla 40°C'ye kadar dondurarak kurutmayı içerebilir, ancak bunlarla sınırlı değildir.

Öğütme

İlk kurutmadan sonra, sert topraklar halinde olan kurutulmuş numuneler, tek tek tanelerin ezilmesini önlemek için tasarlanmış bir yöntem kullanılarak parçalanmalıdır.

Numune öğütme yöntemi, hedef uç nokta ve malzeme dahil olmak üzere kullanılan aparat ile birlikte kaydedilmelidir; ahşap havaneli ve havan, seramik havaneli ve havan, sertleştirilmiş çelik tokmak, öğütme makinesi.

Tarama/eleme

Örnekler, gerçek toprak örneğinin bir parçasını oluşturmeyen yabancı cisimler içerebilir. Böyle numunelerden bu tür nesnelere çıkarılmalıdır. Eğer yabancı cisimlerin ve başka gereksiz bileşenlerin çıkarılması üstlenildiyse, kaydedilmelidir. Toprak numunesi, üzerinde analitik testlerin gerçekleştirildiği (yani gerektiği şekilde öğütülmüş veya öğütülmemiş) örnekleri temsil edecek şekilde işlenmelidir. Örnek durumu rutin analizlerde spesifik bir test için kullanılanlarla aynı şartta olması gerekmez, ancak tüm laboratuvarların aynı tip numuneleri kullanarak analiz yapmaları önemlidir.

Elenen parçanın ikinci defa kurutulması

Örneğin elenen malzeme gözle görülür derecede nemli ise isteğe bağlı ikinci defa kurutma aşamasının kullanımı kaydedilmelidir.

Öğütme

Parçacık boyutunu küçültmek için aşındırıcı öğütme gerçekleştirildiğinde, kullanılan yöntem tüm parçaların öğütülmesi için istikrarlı bir yöntem sağlamalıdır. Malzemenin 0,5 mm'lik bir elekten geçmesi için öğütülmesi gerekir. Kullanılan işlemler kaydedilmelidir. örn. kullanılan değirmen türü, öğütme kabı malzemesi (örn. akik, paslanmaz çelik, ahşap), maksimum en son parçacık boyutu, toz ve potansiyel kontaminasyonu kontrol etmek için benimsenen prosedürler gibi .

Homojenizasyon

Malzemenin homojenleştirilmesi, bir kerede tüm malzeme hacminde gerçekleştirilmelidir. Tanık malzemenin nasıl homojenize edildiği ve süresi örn. 2/8/24 saat boyunca V-blender / döner varil / silindir parçalayıcı gibi bilgileri kaydedilmelidir.

Ayırma

Tanığın ayrı kısımlara bölünmesi, örnekleme arasındaki değişimi temsil edecek ve en aza indirecek şekilde yapılmalıdır. Malzemenin temsili bir şekilde nasıl alt bölümlere ayrıldığı süreci kaydedilmelidir, örn. Yivli delici, döner bölücü gibi.

Paketleme

Hazırlanan malzemeler dünya üzerinde varacakları yere gönderilmeye dayanacak kadar sağlam olan, hareketsiz, sızdırmaz kaplarda saklanmalıdır. Plan düzenleyicisine sunulacak kısım sayısı, YT şemasının niteliği (uluslararası / ulusal), gümrük prosedürleri / gereksinimleri, belirlenecek parametre sayısı gibi faktörlere bağlı olarak her turda kararlaştırılacak ve numuneler, istenen testler için yeterli malzemeye izin vermek üzere her turda kararlaştırılacak kısım boyutlarına paketlenmelidir. Kullanılan parçanın boyutları ve malzemenin nasıl paketlenildiği kaydedilmelidir, örn. plastik poşet, plastik kavanoz, cam kavanoz gibi.

Etiketleme

Örnek etiketleri açık ve net olmalı ve malzeme türünün ayrıntılarını içermelidir (örn. Siltli toprak). Örneklerin nasıl tanımlandığını gösteren örnek etiketleme yöntemi kaydedilmelidir, örn. etiketleme yöntemi, dahil edilen bilgiler gibi.

Sterilizasyon

Kabul edilecek olan toprak örneklerinin ülkelerin ulusal ithalat düzenlemelerine uygun olması gerekmektedir. Eğer bu durum bir sterilizasyon işlemi gerektiriyorsa, yapılacak sterilizasyon işlemi topraklarda test edilecek parametreleri etkilememelidir.

Sterilizasyon işleminin yapılması kabul edilirse; doz, uygulama zamanı ve hazırlık işlemleri kaydedilmelidir.

Örneğin toprak örneklerinin ulusal veya uluslararası biyogüvenlik düzenlemeleri ya da gerekliliklerine uyması için ışınlama işlemi yapılmalı veya toprak örnekleri biyolojik açıdan zararsız hale getirilmelidir. Işınlama yoluyla sterilizasyon işlemi için 60°C'lik bir kaynak kullanılarak 50 kGy dozu kullanılmalıdır.

Toprak örneklerinin kullanılmasına izin verme sorumluluğu (muhtemelen kullanım sonrası sterilize edilerek) yeterlilik test programına katılmak üzere toprak örneklerini kabul eden laboratuvara aittir. Yine de, toprak örneğinin sterilizasyonu için yapılacak bir işlem faydalı olabilir.

Depolama

Homojenliği koruyabilmek için tüm materyaller aynı koşullarda depolanmalıdır. Hazırlama tesisinde depolama koşulları ve depolama süresi kaydedilmelidir. Katılımcı laboratuvarlar, materyal için gerekli olan özel depolama koşullarından haberdar edilmelidir.

Homojenlik ve Stabilitenin Değerlendirilmesi

Materyalin homojenliğini değerlendirmek üzere kullanılan analitik ve istatistiksel metotlar amaca yönelik olmalı ve kaydedilmelidir. Bu kayıtlarda hangi element/parametrelerin izlendiği, hangi istatistiksel prosedürlerin kullanıldığı ve kabul kriterlerinin neler olduğu ayrıntılı bir şekilde belirtilmelidir.

Materyalin homojenliđi ařađıdaki prosedür kullanılarak deđerlendirilmelidir:

- Her örnekten en az 10 kap tesadüfi olarak seçilir ve Thomson vd. (2006) tarafından tanımlanan prensiplere göre harmanlanır. Homojenlik testi için hazırlanan örnekler son halini almıř olmalıdır (ıřınlamadan geçmiř olmalı ya da dezenfeksiyon iřlemi gerçekteřirilmiş olmalıdır).
- Bütün homojenlik testleri, bir veya bir dizi seçim için yeterli hassasiyete sahip yöntemler kullanılarak 2 paralelli ve tesadüfi bir sırayla yapılmalıdır (örneğin genellikle toplam N (LECO ya da NIR/MIR) pH, ekstrakte edilebilir K, ekstrakte edilebilir P). Gerektiđi olduđu durumlarda bařka testler eklenebilir ya da deđiřtirilebilir.
- Homojenlik testi sonuçları örnekler arasındaki varyasyonun tahmin edilmesinde kullanılır. Harmanlanmış örneklerdeki homojenite öncelikle ANOVA testi ile deđerlendirilir ve örnekler arasındaki varyasyon hesaplanır. Harmanlanmış örneklerdeki standart sapma %5'ten düşükse, yeterlilik testlerinde kullanılabilir.
- Harmanlanmış örneğin homojenitesi kabul kriterlerine uymuyorsa, örneğin homojenitesi laboratuvar performans deđerlendirmelerini etkilemiř olabilir. Böyle bir durumla karřılařılırsa, örnekleri tedarik eden firma her duruma uygun önlem alabilmek için teknik çalıřma grubuna danıřacaktır.

Kurutulup hazırlanan toprak örneklerinin en az 1 yıl süreyle stabil oldukları kabul edilebilir. Bununla birlikte, örnek stabilitesi belirli parametreler açısından sorunsuz (yarayıřlı amonyum ve nitrat gibi), örneklerin yeterlilik testleri boyunca (örneklerin kabulünden, verilerin raporlanmasına kadar olan sürede) yeterli stabiliteye sahip olduđunu gösterecek özel testler yapılmalı ve kaydedilmelidir.

Tipik olarak, toprak numuneleri kurutulduktan ve hazırlandıktan sonra, en az bir yıllık bir süre boyunca kararlı kabul edilebilir. Bununla birlikte, numune stabilitesi belirli parametreler için bir sorunsuz (örneğin yarayıřlı amonyum, yarayıřlı nitrat), numunelerin yeterlilik testleri analiz süresince (yani, sevkiyattan veri raporunun kapanmasına kadar) yeterince kararlı olduđunu göstermek için yapılan spesifik testler kaydedilmelidir.

Dađıtım malzemesi

Dađıtım malzemesi, güvenli ve sađlam dıř ambalajlarda merkezi uygulama koordinatörüne gönderilmelidir. İthalat kısıtlamalarına sahip olabilen ambalaj malzemeleri, ör. ahřap, bazı geri dönüřtürülmüř malzemelerden kaçınılmalıdır. Sonraki dađıtım için merkezi uygulama koordinatörüne gönderim yöntemi kaydedilmelidir. Tüm harici etiketler gerekli ulusal/uluslararası gereklilikleri karřılamalıdır. Merkezi program koordinatörüne gönderim yöntemi, gerekli ulusal/uluslararası gereklilikleri karřılamalıdır.

Referanslar

ISO. 2017. ISO/IEC 17025 - General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. In: *ISO* [Online]. Geneva, Switzerland. [Cited 14 January 2020].

<https://www.iso.org/publication/PUB100424.html> Oroboros Instruments. 2016. ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparison. In: *MitoEAGLE* [online]. Innsbruck, Austria. [Cited 14 January 2020].

www.mitoeagle.org/index.php/ISO_13528:2015_Statistical_methods_for_use_in_proficiency_testing_by_interlaboratory_comparison

Thompson, M., Ellison, S.L.R. & Wood, R. 2006. The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories. *Pure Applied Chemistry* 78: 145.

