

AMAÇ

Laboratuarda gerçekleştirilen deney sonuçlarına göre önceden belirlenmiş bir gerekliliğe uygunluğu belirtirken, uygunluk değerlendirmesinde ölçüm belirsizliğinin nasıl hesaba katılacağını açıklayan kuralları belirlemek amacıyla bu talimat hazırlanmıştır. Uygunluk bildiriminin nasıl yapılacağı, yasal otoriteler ve/veya düzenleyici kuruluşlar ve zorunlu mevzuatlarda tanımlanmış ise bu talimatta belirtilen kurallar uygulanmaz.

PROSEDÜR

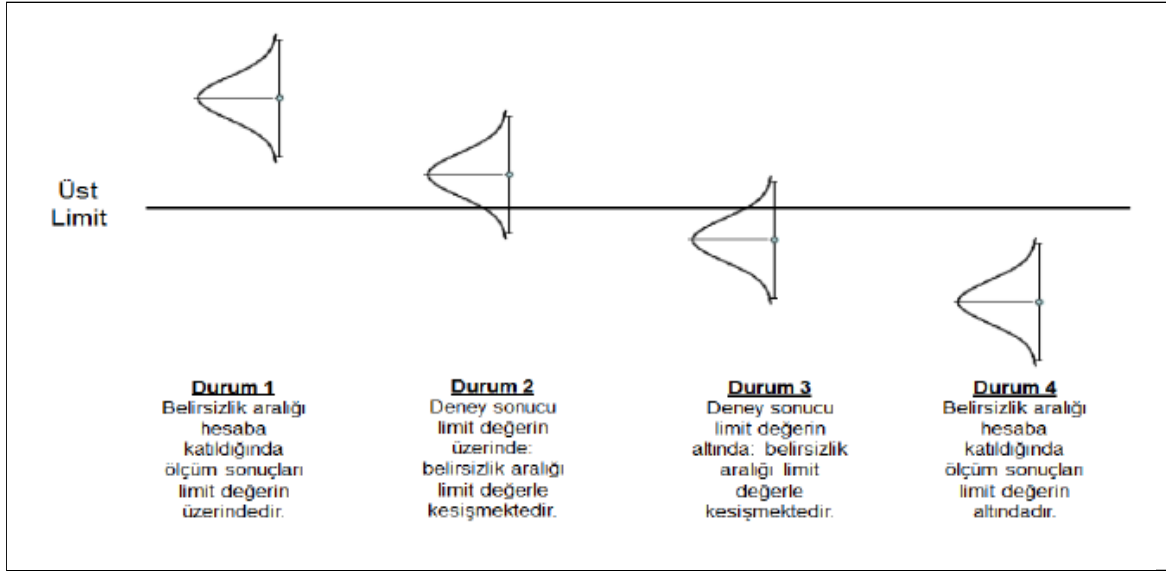
Spesifikasyon: Mevzuat, standart, şartname gibi deney sonuçlarının uygunluğunun değerlendirildiği dokümanlardır.

Karar Kuralı: Belirlenmiş bir spesifikasyona uygunluğu belirtirken, ölçüm belirsizliğinin nasıl hesaba katılacağını belirleyen kuraldır.

Koruma Bandı: Önceden belirlenen güvenilirlik düzeyinde hesaplanmış belirsizlik değeridir.

Karar Limiti: Spesifikasyon limitine, koruma bandının eklenerek ya da çıkartılarak oluşturulduğu limit değeridir.

Deney sonuçları spesifikasyonlara ve/veya yönetmeliklere karşı uygunluğun değerlendirilmesinde kullanıldığında, ölçüm sonuçlarının belirsizliğinin de dikkate alınması gerekmektedir. Şekilde yer alan 1 ve 4 numaralı durumlarda, belirsizlik aralığının da hesaba katıldığı ölçüm sonuçları, belirgin bir şekilde limit değerinin üstünde veya altında kalmaktadır. Dolayısıyla bu iki durumda uygunluğun değerlendirilmesi çok nettir. Ancak 2 ve 3 numaralı durumlarda, uygunluğun değerlendirilmesi çok net değildir, çünkü belirsizlik aralığı limit değeriyle kesişmektedir. Uygunluk bildiriminin nasıl yapılacağı, yasal otoriteler veya düzenleyici kuruluşlar ve zorunlu mevzuatlarda tanımlanmamış ise uygunluk veya uygunsuzluk durumlarının belirlenmesi için karar kuralı oluşturulmuştur.



Şekil: Üst Limit ile Uygunluk Değerlendirmesi

Karar Kuralı Seçimi

Şekilde yer alan 2. ve 3. durumlardaki sonuçların limit değerlere uygun olup olmadığına karar vermek için, yanlış karar verme risklerini hesaba alan bir karar kuralına ihtiyaç vardır. Uygunluk değerlendirme kriterlerini belirtilen şartname, yönetmelik, standart vb. dokümanlarda nasıl karar verileceği tanımlanmamış ise laboratuarda müşteri lehine yanlış ret kuralını uygulanır. Karar kuralı yöntemi olarak “Koruma Bandı” yöntemi seçilmiştir. Koruma bandı (g), daha önceden hesaplanan ölçüm belirsizliği değerleri ile oluşturulmaktadır.

Yanlış Ret için Kabul ve Ret Bölgelerinin Belirlenmesi

Karar kuralı bir koruma bandının (g) hesaplanmasına olanak sağlamaktadır. Bu koruma bandı ile kabul ve ret bölgeleri tanımlanmaktadır. Bu iki bölgenin kesiştiği yer ise karar limiti olarak adlandırılır.

Karar vermek için gerekli olan bilgiler:

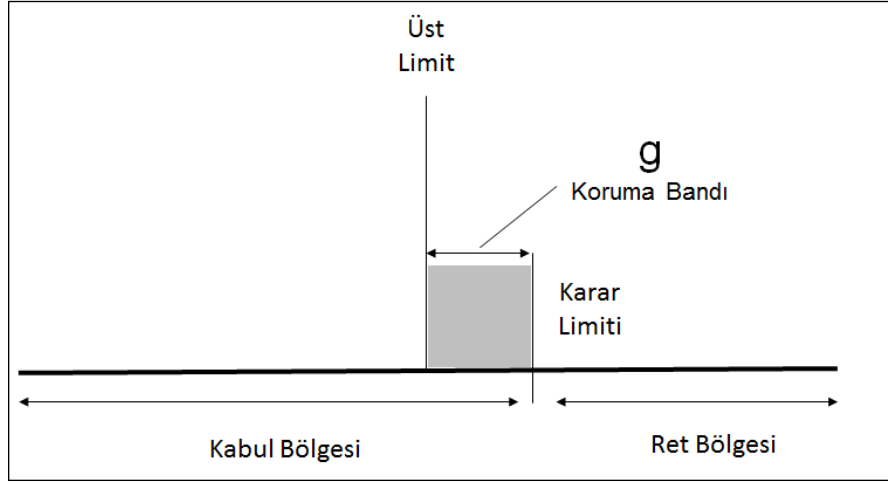
- Ölçülen büyüklük (Birim)
- Deney sonucu
- Belirsizlik-Genişletilmiş Belirsizlik için k faktörü ve güven aralığı
- Alt ve/veya üst limitleri belirten spesifikasyon
- Karar kuralı (Yanlış ret)

Laboratuarda analizi gerçekleştirilen tüm parametreler için %95 güven aralığında relative ölçüm belirsizlikleri hesaplanmıştır. Spesifikasyonda belirtilen limit değere uygun konsantrasyondaki ölçüm

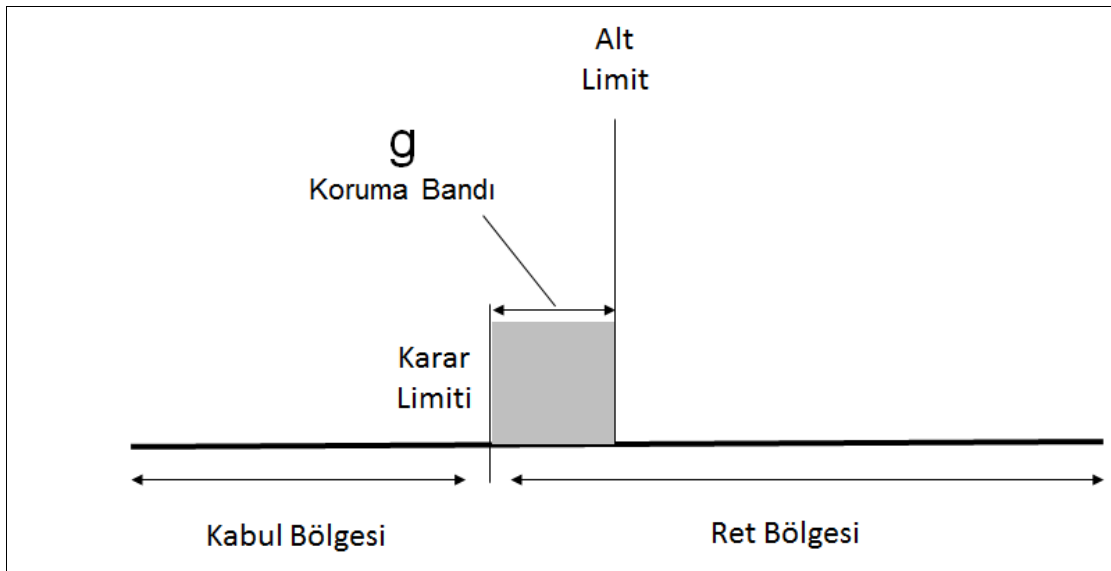
belirsizliđi değeri ile (%95 güven aralıđında, tek kuyruklu t değeri için $k=1,65$) koruma bantları hesaplanır. Numunenin müşteri tarafından alındıđı durumlarda, numune almadan kaynaklanan ölçüm belirsizliđinin dahil edilmediđi veriler kullanılmaktadır.

Koruma bantları limit değere eklenerek ve/veya çıkartılarak kabul ve ret bölgeleri oluşturulmuştur.

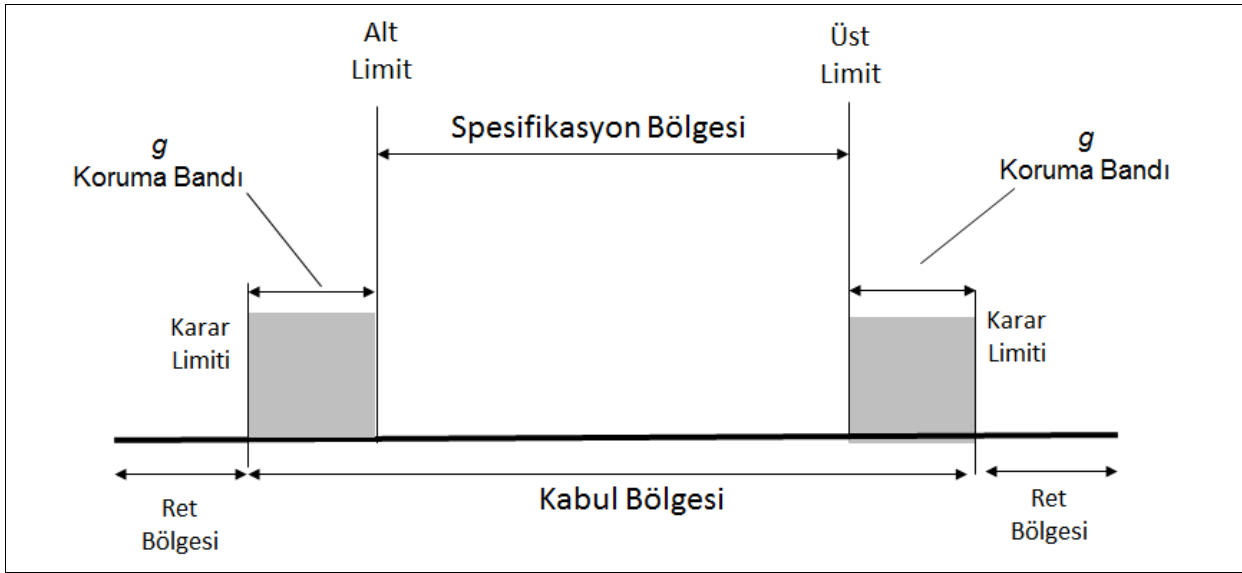
Kabul ve ret bölgeleri yanlış ret kuralını uygulayabilmek amacıyla şekilde örnekler belirlenmiştir.



Şekil: Üst Limite Dayanan Kabul ve Ret Bölgesi



Şekil: Alt Limite Dayanan Kabul ve Ret Bölgesi



Şekil: Alt ve Üst Limite Dayanan Kabul ve Ret Bölgesi

Uygunluk beyanlarının deney raporlarında gösterilmesi Raporlama Prosedürü'ne göre yürütülmektedir.

Örnek: Su Kirliliği Kontrolü Yönetmeliği Tablo 21.4'e göre Kimyasal Oksijen İhtiyacı (KOİ) parametresinin deşarj limiti 90 mg/L olarak belirlenmiştir.

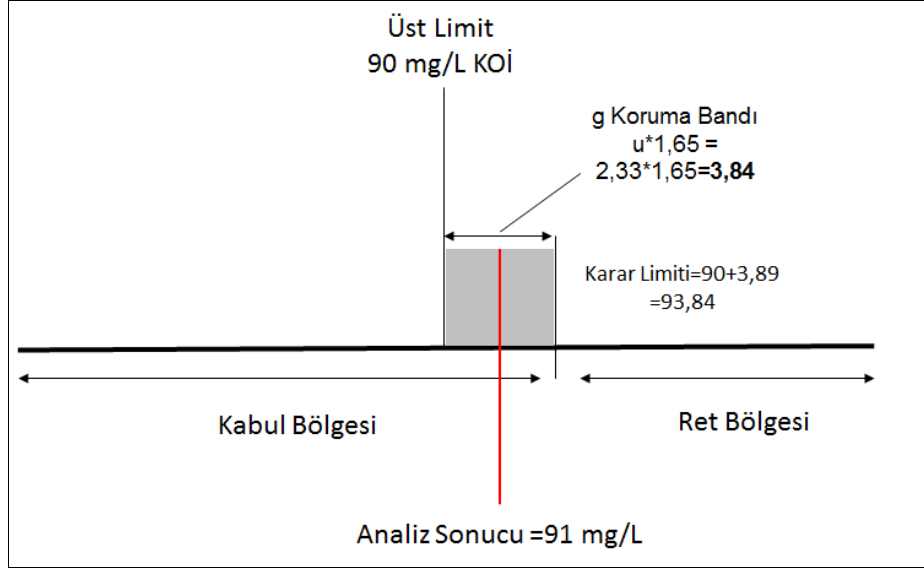
- Ölçülen büyüklük, mg/L
- Deney Sonucu 91 mg/L
- Ölçüm Belirsizliği = %5,185 (k=2 %95)

Genişletilmiş belirsizlik, $U=(90 \times 5,185)/100 = 4,66$ mg/L

Standart Belirsizlik, $u= 4,66/2 = 2,33$ mg/L hem numune almadan hem de deney aşamalarından kaynaklanan belirsizlikleri içermektedir.

- Spesifikasyon limiti 90 mg/L
- Karar Kuralı-Yanlış ret, karar limiti üst limite koruma bandı eklenerek oluşturulmuştur.
- Koruma bandı $u \times 1,65=(2,33 \times 1,65) = 3,84$ (%95 güvenilirlik düzeyinde tek kuyruklu t değeri için k 1,65)

- Karar limiti $90+3,84=93,84$ mg/L'dir. Bu değere eşit ve altındaki her değer kabul bölgesine girmektedir. Bu değer üzerindeki her değer ret bölgesine düşmektedir. Dolayısıyla analiz sonucu uygunluk kriterini karşılamaktadır.



Uygunluk beyanı raporlanırken, analiz sonucundan ölçüm belirsizliği değeri çıkartılarak sonuç verilir. Raporlama aşağıda belirtilen şekilde yapılır.

$[(\text{Analiz sonucu}) * (k=2 \text{ hesaplanan belirsizlik değeri})] / 100$

$$\Rightarrow (91 \cdot 5,185) / 100 = 4,72$$

$$\Rightarrow \text{Raporlanacak analiz sonucu } 91 - 4,72 = 86,28 \text{ mg/L}$$

Parametre-Birim Parameter-Unit	Analiz Sonucu Test Result	SKKY tablo 21.4 Sınır Değeri Kompozit 24 saatlik	Ölçüm Belirsizliği Uncertainties	Analiz Metodu Test Method
KOİ (mg/L)	#86,28	90	% $\pm 5,185$	SM 5210 B
#ile işaretlenen sonuca %95 güven aralığında ölçüm belirsizliği çıkarılarak yanlış ret kuralı uygulanmıştır.				

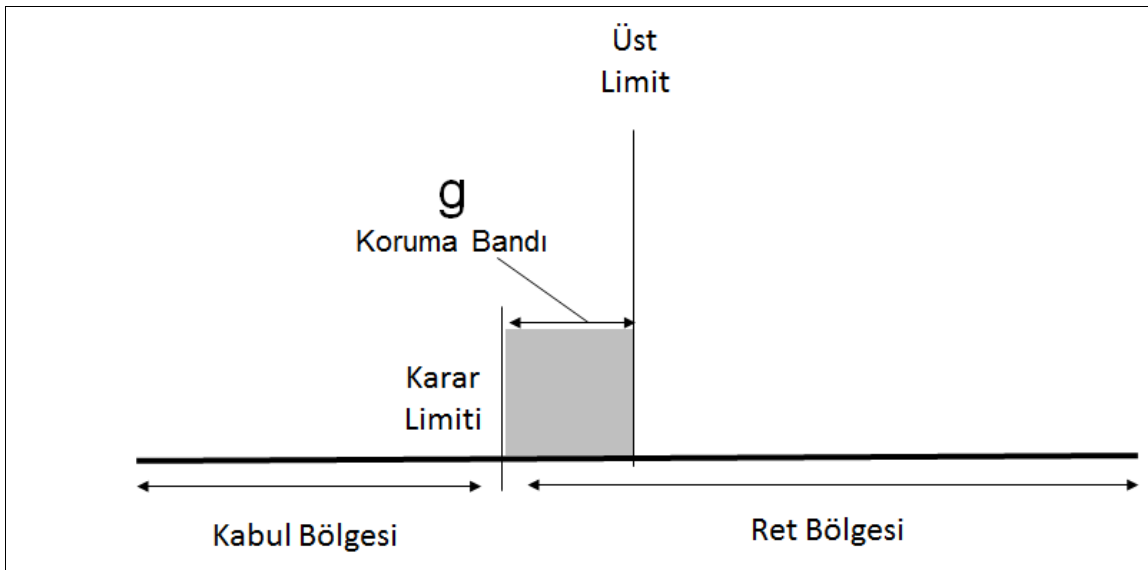
Karar kuralı uygulanacak olan numune için "Karar Kuralı Uygulama Formu" kullanılır. Bir numunede birden fazla parametre için karar kuralı uygulanması gerekirse, her parametre için ayrı form

kullanılır. Karar kuralı uygulanırken kullanılacak hesaplamalar formda ayrıntılı olarak belirtilmiş olup, yetkili personel tarafından formüllere uygun olarak hesaplanır ve kaydedilir. Bu hesaplama raporlama personeli tarafından kontrol edilip, Laboratuvar Sorumlusu ve/veya Laboratuvar Müdürü tarafından onaylanır.

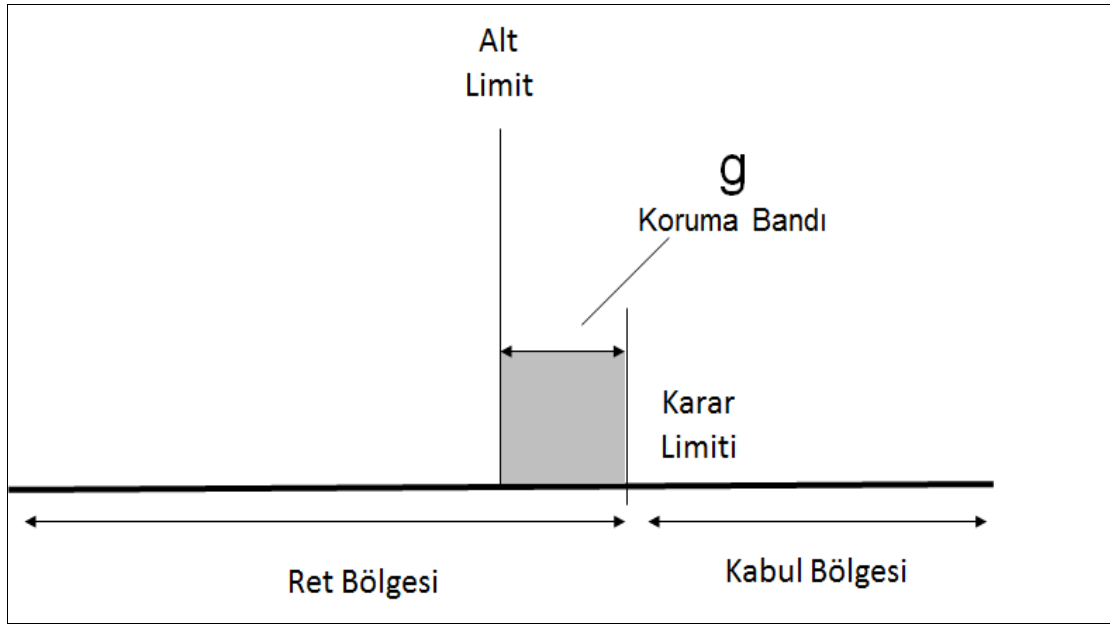
Yanlış Kabul için Kabul ve Ret Bölgelerinin Belirlenmesi

Uygunluk değerlendirme kriterlerini belirtilen şartname, yönetmelik, standart vb. dokümanlarda nasıl karar verileceği tanımlanmamış ise müşterinin talebi doğrultusunda yanlış kabul karar kuralı da uygulanabilmektedir. Yanlış kabul karar kuralı için spesifikasyon limitinden yukarıda tanımlandığı şekilde oluşturulan koruma bandı (g) değeri çıkartılarak karar limitleri oluşturulur. Kabul ve ret bölgeleri bu karar limitine göre tanımlanır.

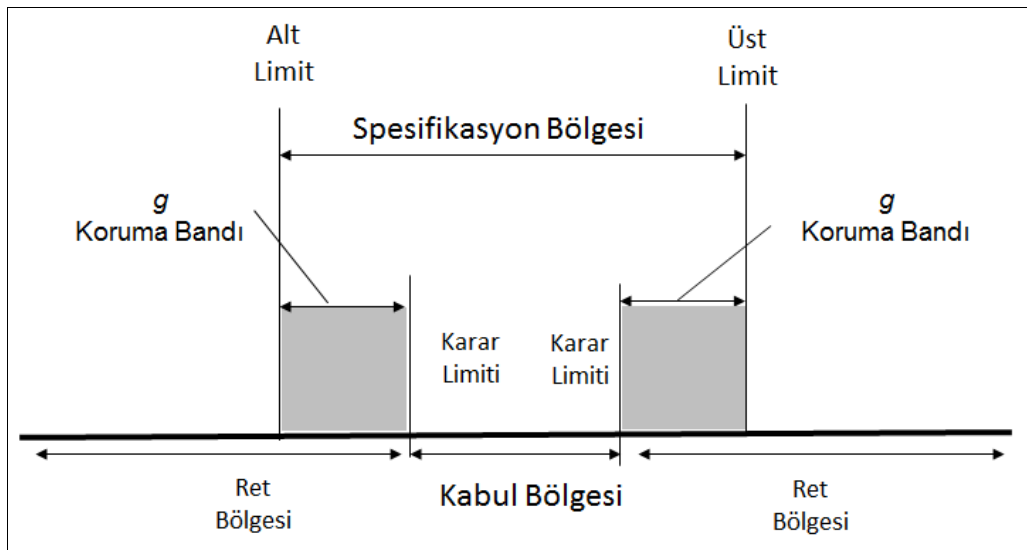
Koruma bantları limit değere eklenerek ve/veya çıkartılarak kabul ve ret bölgeleri oluşturulur. Kabul ve ret bölgeleri yanlış ret kuralını uygulayabilmek amacıyla Aşağıdaki şekillerde belirlenmiştir.



Şekil: Üst Limite Dayanan Kabul ve Ret Bölgesi



Şekil: Alt Limite Dayanan Kabul ve Ret Bölgesi



Şekil: Alt ve Üst Limite Dayanan Kabul ve Ret Bölgesi

KAYNAK:

- Eurochem/CITAC Guide: Use of Uncertainty Information In Compliance Assessment