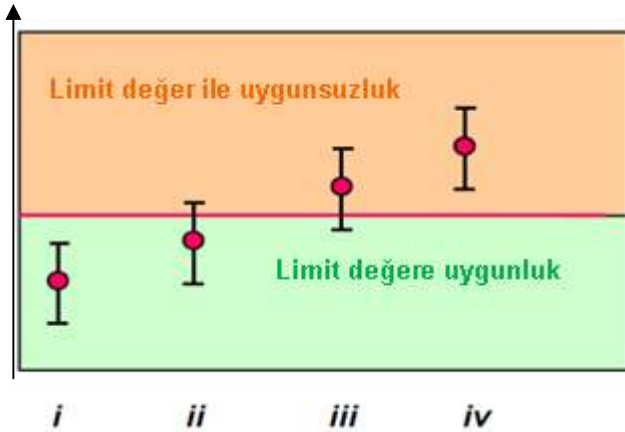


Uygunluk Değerlendirmede Ölçüm Belirsizliğinin Kullanılması

Bu broşürde, bir spesifikasyona veya yasal limite karşı uygunluğun nasıl değerlendirildiğini konu alan EURACHEM/CITAC rehberi açıklanmaktadır.

Giriş

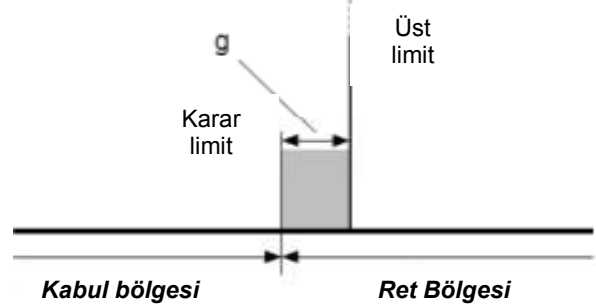
Test sonuçları spesifikasyonlara veya yönetmeliklere karşı uygunluğun değerlendirilmesinde kullanıldığında, ölçüm sonuçlarının belirsizliğinin de dikkate alınması gerekir. Şekil 1'de yer alan *i* ve *iv* numaralı durumlarda, belirsizlik aralığının da hesaba katıldığı ölçüm sonuçları, belirgin bir şekilde limit değerinin üstünde veya altında kalmaktadır. Dolayısıyla bu iki durumda uygunluğun değerlendirilmesi çok nettir. Ancak, *ii* ve *iii* numaralı durumlarda, uygunluğun değerlendirilmesi çok net değildir, çünkü belirsizlik aralığı limit değeriyle kesişmektedir. Eurachem/CITAC rehberi (1) *ii* ve *iii* numaralı durumlara öneriler getirmektedir.



Şekil 1. Genişletilmiş belirsizliğin hesaba katıldığı ölçüm sonuçları ile üst limitin ilişkisi

Kabul ve ret bölgelerinin belirlenmesi

ii ve *iii* durumlarındaki sonuçların limit değeriyle uyumlu olup olmadığına karar vermek için, yanlış karar verme risklerini hesaba alan bir karar kuralına ihtiyaç vardır. Karar kuralı, bir koruma bandının (*g*) hesaplanmasına olanak sağlamaktadır (bkz. Şekil 2). Bu koruma bandı ile karar ve ret bölgeleri tanımlanmaktadır. Eğer ölçüm sonucu kabul bölgesinde ise istenen özellikler karşılanmaktadır ve sonuç uygun olarak değerlendirilebilir. Eğer ölçüm sonucu ret bölgesine düşerse sonuç uygun olarak değerlendirilebilir. Bu iki bölgenin kesiştiği değer karar limiti olarak (bkz. Şekil 2) tanımlanmaktadır. Koruma bandı, kabul bölgesindeki ölçüm sonucuna ait yanlış kabul/ret ihtimali önceden belirlenen güvenilirlik değeri α' 'ya eşit veya düşük olacak şekilde seçilir.



Şekil 2. Üst limit özelliklerine dayanan kabul ve ret bölgesi, karar limiti ve koruma bandı (*g*), ve doğru kabulün yüksek güvenilirliğine dayalı bir karar kuralı

Karar vermek için gerekli olan bilgiler

Bir karara varmak için aşağıdaki bilgiler gerekmektedir;

- Açıkça tanımlanmış ölçülen büyüklük
- Analitik bir sonuç
- Belirsizlik - genişletilmiş belirsizlik için *k* faktörü ve ilgili güven aralığı belirtilmelidir. Örneğin, % 95 güven aralığı için *k* = 2'dir
- Alt ve/veya üst limitleri belirten spesifikasyon
- Bir karar kuralı

Belirsizliğe ve karar kuralına dayanan koruma bandı hesaplanır. Karar kuralına ve spesifikasyona göre karar limiti, kabul ve ret bölgeleri hesaplanır (bkz. Şekil 2).

Üç örnek

Örnek 1- Şekil 1'deki *ii* numaralı durum - doğru karar vermeye odaklı üst limit olan bir karar kuralı;

Su saflaştırma tesislerinden elde edilen çamur toprağın iyileştirilmesinde kullanılabilir. Ancak zehirli metallere biri olan kadmiyum bu durumda bir problem teşkil edebilir. Çamurdaki toplam kadmiyum miktarının üst limiti 2 mg/kg olarak belirlenmiştir.

- Ölçülen büyüklük - tüketiciye sevk edilen ürünün kadmiyumun, Cd, kütle kesri
- Analitik sonuç- kütle kesri (Cd) = 1,82 mg/kg
- Ölçüm belirsizliği - $U = 0,20$ mg/kg, $k = 2$ (% 95). Standart belirsizlik, $u = 0,10$ mg/kg. Bu ölçüm belirsizliği hem örnek almadan hem de analiz aşamalarından kaynaklanan belirsizlikleri içermektedir.
- Spesifikasyon- izin verilen üst limit 2,0 mg/kg

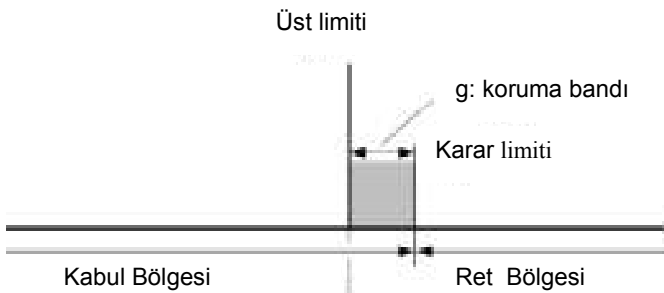
Örnek 1. devamı

- Karar kuralı - Karar limiti, partideki kütle kesrinin üst limitin altında olduğu, yaklaşık % 95 ($\alpha = 0,05$) güvenilirlik düzeyindeki kütle kesridir.
- Koruma bandı $1,65u = 0,165$ mg/kg olarak hesaplanır (Rehberde [1] 1 numaralı durum için % 95 güvenilirlik düzeyinde tek kuyruklu t değeri için k 1,65). Karar limiti $2 - 0,165 = 1,84$ mg/kg olacaktır. Bu değer altındaki her değer kabul bölgesine girmektedir. Bu değere eşit veya üstündeki her değer ret bölgesine düşmektedir (bkz. Şekil 2). Dolayısıyla çamur örneği uygunluk kriterlerini karşılamaktadır.

Örnek 2 - Şekil 1'deki iii numaralı durum - doğru olarak ret etmeye odaklı üst limit olan bir karar kuralı;

Hukukta suçsuz olan birini cezalandırmamak çok önemlidir. Karar limiti bunun gerçekleşme olasılığını azaltmak için ayarlanabilir. Buradaki örnek, İsveç'de alkol tarama testinden pozitif sonuç çıkan bir sürücünün kanındaki alkol (EtOH) ölçümüne aittir.

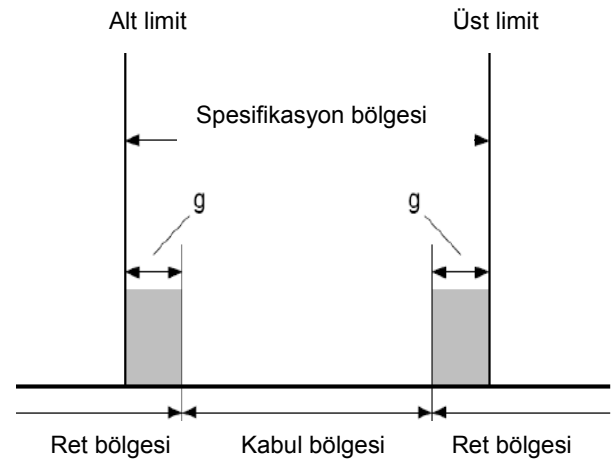
- Ölçülen büyüklük - laboratuvara gelen kan örneklerindeki toplam EtOH kütle kesri
- Analitik sonuç - kütle kesri (EtOH) = 0,221 mg/g
- Ölçüm belirsizliği - $U = 0,013$ mg/kg, $k = 2$ (% 95). Standart belirsizlik, $u = 0,0065$ mg/kg [1]. Bu ölçüm belirsizliği hem örnek almadan hem de analiz aşamalarından kaynaklanan belirsizlikleri içermektedir.
- Yasal limit - yasa ile belirtilen üst limit 0,200 mg/g
- Karar kuralı - Karar limiti, yaklaşık % 99,9 ($\alpha = 0,001$) güvenilirlik düzeyi ile yasal üst limitin aşıldığına dair karar verilebilmesine olanak sağlayan kütle kesri olarak belirlenmiştir.
- Koruma bandı $3,10u = 0,020$ mg/g olarak hesaplanmıştır (Rehberde [1] 1 numaralı durum için % 99,9 güvenilirlik düzeyinde tek kuyruklu t için k değeri 3,10). Karar limiti, $0,200 + 0,020 = 0,220$ mg/g olacaktır. Bu değer altındaki tüm değerler kabul bölgesine girmektedir (diğer bir deyişle analitik sonucun üst limiti geçtiğine dair bir bulgunun olmadığı kabul edilmektedir). Bu değere eşit veya üstündeki tüm değerler ise ret bölgesine düşmektedir (bkz. Şekil 3).



Şekil 3. Spesifikasyonda belirtilen üst limit ve yüksek güvenilirlik ile doğru olarak ret kararı verilmesine dayanan karar kuralı ile belirlenmiş koruma bandı (g), bir karar limiti, kabul ve ret bölgeleri.

Örnek 3 - Şekil 1'deki ii numaralı durum - doğru kabule odaklı üst ve alt limit olan bir karar kuralı;

- Çelik üretiminde, bir paslanmaz çelik tipindeki nikel miktarı ağırlıkça % 16,0 ile % 18,0 (w/w) aralığında olmalıdır.
- Ölçülen büyüklük - müşteriye sevk edilen bir parti çelikteki Ni'in kütle kesri
 - Analitik sonuç - kütle kesri (Ni) = % 16,1
 - Ölçüm belirsizliği - $U = \% 0,2$ % ağırlıkça Ni $k = 2$ (% 95). Standart belirsizlik $u = \% 0,1$. Bu ölçüm belirsizliği hem örnek almadan hem de analiz aşamalarından kaynaklanan belirsizlikleri içermektedir.
 - Spesifikasyon - İzin verilen alt limit % 16,0, izin verilen üst limit % 18,0
 - Karar kuralı - Karar limiti, yaklaşık % 95 ($\alpha = 0,05$) güvenilirlik düzeyi ile ölçülen kütle kesrinin spesifikasyonda belirtilen alt limitin üstünde veya üst limitin altında yer aldığına dair karar verilebilmesine olanak sağlayan kütle kesridir.
 - Her bir koruma bandı $1,65u = \% 0,17$ olarak hesaplanmıştır. Rehberde [1], 1b numaralı durum için % 95 güvenilirlik düzeyinde tek kuyruklu t için k değeri 1,65). Karar limitleri % 16,17 ve % 17,83 olacaktır. Bu değerlerin arasında kalan tüm değerler kabul bölgesine girmektedir (bkz. Şekil 4).



Şekil 4. Spesifikasyonda belirtilen üst ve alt limitler ve yüksek güvenilirlik ile kabul kararı alınmasını sağlayan bir karar kuralı ile belirlenmiş koruma bantları (g), karar limitleri, bir kabul bölgesi ve iki ret bölgesi

¹ Eurachem/CITAC Guide Use of uncertainty in compliance assesment, 2007 www.eurachem.org

Bu dokümanın Türkçe çevirisi EURACHEM/TR tarafından yapılmıştır (Mart 2014).