



Laboratuvar Akreditasyon Danışmanlık Ltd. Şti.

Belirsizlik 5N+1K

Nedir ?

“Ölçüm belirsizliği ölçüm sonucu ile birlikte verilen ve ölçüm değerlerinin dağılımını gösteren bir özelliktir”.

Ölçüm sonucunun kalitesinin bir göstergesidir.

Metroloji sözlüğündeki tanımı; Ölçüm sonucu ile beraber yer alan ve ölçülen büyüklüğe makul bir şekilde karşılık gelebilecek değerlerin dağılımını karakterize eden parametredir.

Neden?

Ölçüm sonuçlarının bulunabileceği aralığı doğru olarak belirlemek ölçüm sonucunun güvenilirliği açısından önemlidir. Ölçüm belirsizliği olarak ifade edilen bu aralık, ölçüm sonuçlarının kalitesini ve güvenilirliğini gösteren en önemli parametredir.

Ölçüm belirsizliği:

- ✓ Ölçüm sonuçlarının dağılımını gösteren bir değerdir.
- ✓ Ölçüm sonucuna göre karar oluştururken önemlidir.
- ✓ Ölçüm sonuçlarını karşılaştırırken önemlidir.
- ✓ Limitlere uygunluğa karar verirken çok önemlidir.
- ✓ Tam tersine ölçümün valide edilmiş metotla yapıldığını ve güvenilirlik düzeyini gösterir.

Ne zaman?

Bir ölçüm metodu ile yapılan ölçüm sonucunun raporlanmasından önce ölçüm sistemi ile yapılan ölçüm sonucunun belirsizliği hesaplanmalıdır. Kalibrasyon yapan laboratuvar kalibrasyon sonunda belirsizliği hesaplamalıdır. Analiz metodunun validasyonu tamamlandıktan sonra belirsizliği hesaplanmalıdır.

Nasıl ?

Metot validasyonu sonucu elde edilen veriler ve analizde kullanılan kalibrasyon standartlarının belirsizliklerinden, diğer deneysel işlem sırasında yapılan ölçüm değerlerinin belirsizlikleri kullanarak hesaplanmalıdır. Ölçüm belirsizliği kaynaklarının doğru olarak belirlenmesi ve değerlendirmesi belli bir deneyim gerektirmektedir.

Ölçüm belirsizliği konusunda eğitim almış yeterli bilgi ve deneyime sahip personel tarafından tüm belirsizlik kaynakları sistematik olarak incelenip değerlendirilerek hesaplanmalıdır.

Laboratuvarın ölçüm belirsizliği hesaplamak için bir prosedürü olmalıdır. Belirsizliğe etki eden tüm faktörler incelenmeli ve katkısı değerlendirilmelidir

Metot validasyon verilerine ve metot parametrelerine bağı olarak belirsizlik değeri hesaplanmalıdır

Ölçüm belirsizliği kaynaklarının doğru olarak belirlenmesi ve değerlendirmesi belli bir deneyim gerektirmektedir.

Kim?

Metot Validasyonu ve Ölçüm belirsizliği konusunda eğitim almış yeterli bilgi ve deneyime sahip personel tarafından hesaplanmalıdır.
Ölçüm belirsizliğinin doğru tahmin ve hesaplanması belli bir deneyim ve uzmanlık gerektirir.

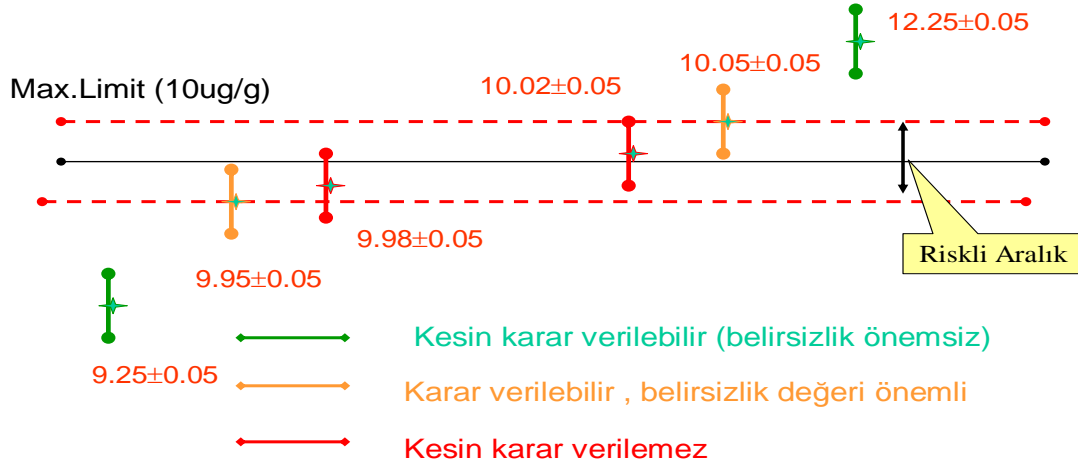
Belirsizlik ile raporlanmış sonucun yorumlanması?

Laboratuvarın raporladığı sonuç çoğunlukla bir limit değeri karşılaştırılarak bir karar verilir.

Sonucun belirsizlik olmadan raporlanmasında karar vermek kolaydır. Limitin maksimum veya minimum olarak verilmesine göre , sonuç uygun veya uygun değil kararı verilebilir.

Sonuç belirsizlikle birlikte verildiğinde karar vermek daha zordur. Bu durumda sonucun değerlendirilmesinde aşağıdaki durumlar ile karşılaşabiliriz.

Metot performans/Spesifikasyon Limiti



37

1- Yeşil çubukla gösterilen durumlarda sonuç ve ±belirsizlikle birlikte limit çizgisini kesmediği durumlarda kesin olarak uygun veya uygun değil kararı verilebilir.

2-Turuncu çubukla gösterilen durumlarda gene sonuç ve ±belirsizlikle birlikte limit çizgisini kesmediği durumlarda kesin olarak uygun veya uygun değil kararı verilebilir. Bu durumda belirsizliğin doğru

hesaplanmış olması önemlidir.

3- Kırmızı çubukla gösterilen durumlarda sonuç ve \pm belirsizlikle birlikte limit çizgisini kestiği için kesin olarak uygun veya uygun değil kararı verilemez.

KARAR KURALI ??

Bu durumda nasıl karar verileceğinin şartnamede veya yönetmelikte belirtilmesi gerekir. Karar kuralı belirlenirken verirken risk analizi yapılarak karar verilmelidir.

Risk paylaşımı üç şekilde olabilir.

1-Riskin üretici tarafından üstlenilmesi

2-Riskin tüketici tarafından üstlenilmesi

3-Riskin eşit paylaşımı -Bu durumda belirsizlik karar vermede dikkate alınmaz.

Hangi risk seçeneğinin seçileceği riskin taraflarda oluşturacağı zarara göre karar verilebilir.

1- Riskin üretici tarafından üstlenilmesi: Ürünün uygun olmamasının tüketicide oluşturacağı zarar üretici riskinden daha yüksek olduğu durumlarda risk üretici tarafından üstlenilir.

2- Riskin tüketici tarafından üstlenilmesi: Ürünün uygun olmamasının üreticide oluşturacağı zarar tüketici riskinden daha yüksek olduğu durumlarda risk tüketici tarafından üstlenilir.

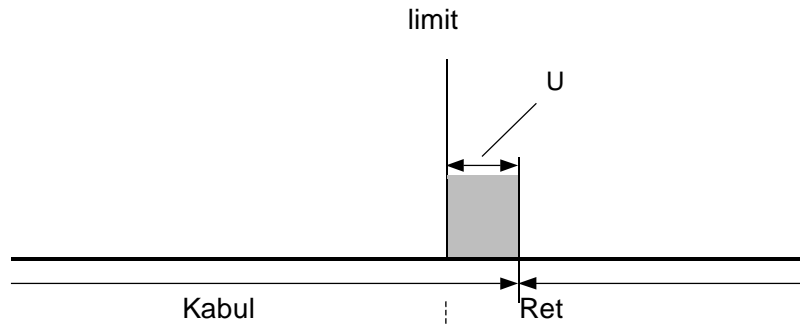
3- Risk her iki taraf içinde aynı düzeyde ise risk eşit paylaşılır.

1- Riskin üretici tarafından üstlenilmesi halinde karar kriteri:

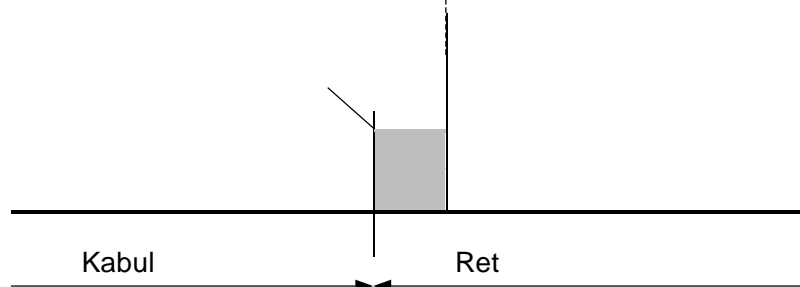
a) Limit değer max. Olarak verilmişse sonuca belirsizlik eklendikten sonra elde edilen değer limitten küçük olmalıdır.

b) Limit değer min. Olarak verilmişse sonuçtan belirsizlik çıkarıldıktan sonra elde edilen değer limitten büyük olmalıdır.

a)Min Limit



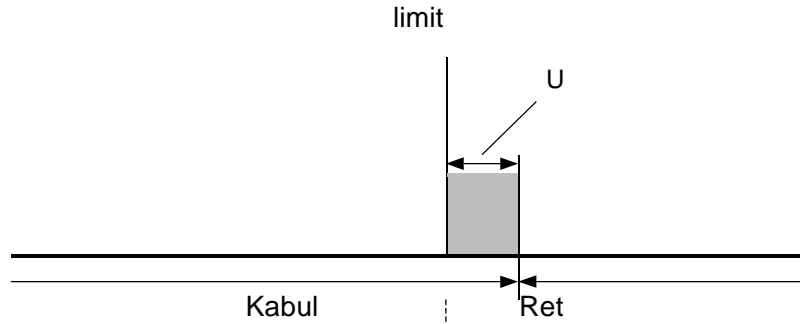
b)Max. Limit



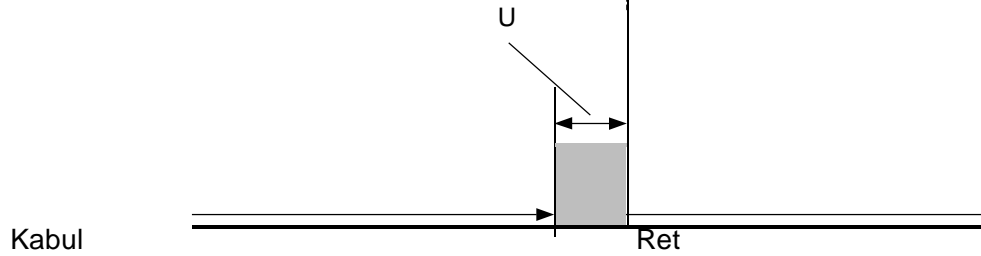
2- Riskin tüketici tarafından üstlenilmesi halinde karar kriteri:

- a) Limit değeri max. olarak verilmişse sonuçtan belirsizlik çıkarıldıktan sonra elde edilen değer limitten küçük olmalıdır.
- b) Limit değeri min. olarak verilmişse sonuca belirsizlik eklendikten sonra elde edilen değer limitten büyük olmalıdır.

a)Max.

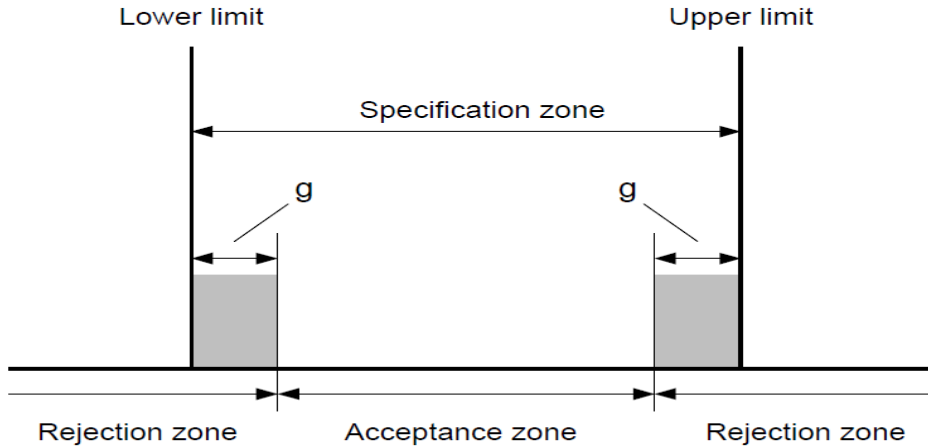


b)Min.



3- Risk her iki taraf içinde aynı karar kriteri: Belirsizlik dikkate alınmadan karar verilir.

Ürün spesifikasyonu için bir aralık verilmişse kabul aralığı $Max-U$ ile $Min+U$ aralığıdır.



Hedef Belirsizliğin Belirlenmesi:

Her ölçüm sonucuna dayanarak bir karar verilmektedir. Karar verilen ürünün belirlenen spesifikasyonlara uygun olup olmadığını belirlemektir. Ürün spesifikasyona değeri ile ölçüm sonucu karşılaştırılarak karar verilir. Karar vermede belirsizlik önemli bir etkiye sahiptir. Ölçüm sonucu belirsizliği ile birlikte karşılaştırılarak karar verilir. Ölçüm sonucu spesifikasyona değerine yaklaştıkça uygun kararı vermek zorlaşır. Doğru karar vermek için belirsizlik değer amaca uygun değerde olmalıdır. Bu nedenle amaca uygun bir hedef belirsizlik belirlenmelidir.

Hedef belirsizlik kullanımın amacına uygun olarak belirlenmelidir. Hedef belirsizliği sağlayan cihaz-metot belirlenmelidir. Hedef belirsizlik karar kriterine göre belirlenmelidir. Karar max. değer, min değer veya bir aralık olarak belirlenmiş olabilir.

Hedef belirsizlik bir çok kriter gere göre belirlenebilir.

Yasal kriterlere göre belirlenir. Düzenleyici kuruluşlar belli konuda karar vermek için hedef belirsizlik belirlenir. (Örnek: Commission Regulation (EC) 333/2007 defines the target standard uncertainty (designated "maximum standard measurement uncertainty") for the determination of Pb, Cd, Hg, inorganic tin)

Max. Min aralık için hedef belirsizlik belirlenmesi: Hedef belirsizlik (Max-Min) / 8 olarak belirlenir.

$$U^{tg} = \frac{Q^{\max} - Q^{\min}}{8}$$

Bu durumda 4 kat belirsizliğe karşılık gelir. Daha güvenilir sonuç için 10XU seçilebilir.

(Örnek: Max 20 ppm Min:10 ppm için aralık 10 ppm ise belirsizlik 1 ppm belirlendiğinde 11-19 ppm arası uygundur. 2 ppm olarak belirlendiğinde 12-18 ppm aralığı uygundur.)

Metot Performans Değerlerine göre hedef belirsizlik belirlenmesi:

Spesifik bir alanda kullanılacak metot ve metot performansı belirlenir. Max. LOD veya LOQ belirlenir. Paralel sonuçlar arasındaki max. fark belirlenir. Minimum geri kazanım oranı belirlenir. (tekrarlanabilirlik limiti) (Örnek 1:AOAC publish target method performance characteristics for an extensive list of analytes in their SMPR (Standard Method Performance Requirements) programme that are suitable for estimating target uncertainty.) **Example 2:** Directive 98/83/EC [9] on the quality of drinking water defines maximum values for the trueness but this is not the same as the definition in VIM [1].)

Hedef LOD den hedef SD belirlenir. SD=LOD/3 veya SD=LOD/3.3 olarak hesaplanır. Veya LOQ den hedef SD belirlenir. SD=LOQ/10 olarak hesaplanır.

Buradan hedef belirsizlik U=SD olarak hesaplanır.

Maksimum müsaade edilen sistematik hata E belirlenir. U= E/I (I dağılım türüne göre- dikdörtgen veya üçgen dağılım)

Hedef belirsizlik iki bileşenin bileşkesinden hesaplanır.

$$u_c^{tg} = \sqrt{(u_{ra}^{tg})^2 + (u_{sy}^{tg})^2}$$

Yeterlilik testi veya karşılıklı anlaşma kriteri. Eğer belirlenmiş bir performans kriteri yoksa iki laboratuvar sonucu karşılaştırmak için yeterlilik test performans kriteri kullanılabilir. (uygun-uyumlu olup olmadığını belirlemek için) Örnek: Yeterlilik test performans kriteri % 5 olarak belirlenmişse iki lab sonucu arasındaki fark max. % 5 olmalıdır. A: 34 mg/L B: 38 mg/L Hedef fark 1.8 mg/L fark 4 mg/L. İki sonuç arasındaki fark uygun değil. Veya Z skoru hesaplanır.

$$z = \frac{x_i - X_{Ref}}{\sigma}$$

$$u_c^{tg} = \sigma$$

Tekrar Üretilebilirlik Limiti (R=2.83 S_R)

İki laboratuvar arasındaki fark R ile değerlendirilir. Bu durumda u=S_R olarak hesaplanır.

Referanslar:

- 1- EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement Third Edition QUAM:2012.P1
- 2-EURACHEM / CITAC Guide Use of uncertainty information in compliance assessment, First Edition, 2007
- 3- Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurement EURACHEM / CITAC Guide 2015

ATAKENT 3.ETAP B.32 Blok D.14 Atakent Mah. 34303 Küçükçekmece İSTANBUL

Tel: 0212-698 73 01 Cep:0505-652 78 14

E-Posta: ibrahim@uzmanakreditasyon.com Web: [http:// www.uzmanakreditasyon.com](http://www.uzmanakreditasyon.com)