



1.ULUSAL LABORATUVAR
AKREDİTASYONU VE GÜVENLİĞİ
SEMPOZYUMU VE SERGİSİ
16-18 Mayıs 2013

KALİBRASYON (5N+1K)

İbrahim AKDAĞ

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

Konusunda 20+10 yıllık bilgi ve deneyimini sizinle paylaşmak için !

Eđitim İeriđi

- ✓ Metroloji ve Kalibrasyon
- ✓ Kalibrasyon 5N+1 K
- ✓ Kalibrasyon Periyodu
- ✓ Kalibrasyon sertifika bilgileri yorumu
- ✓ Cihaz kalibrasyonu
- ✓ Cihaz Validasyonu-Performans Testleri
- ✓ Analitik kalibrasyon
- ✓ Ara Kontrol

Ölçme Test ve Analiz Sonuçları

Güvenilir olmalı

- ✓ Doğru
- ✓ Tekrarlanabilir
- ✓ Belirlenen amaca uygun kalitede olmalı
- ✓ Karşılaştırılabilir olmalı
- ✓ Ulusal ve uluslararası boyutta karşılaştırılabilir olmalı

Ölçüm Sonuçları/Karşılaştırılabilirlik

- ✓ Herhangi bir ülkede yapılan bir ölçüm sonucunun diğer bir ülkede *tekrarına* gerek kalmadan *güvenilir* olarak kabul edilmesi gerekmektedir.
- ✓ Bu amacı gerçekleştirmek için kimyasal ölçümlerin *karşılaştırılabilir* olması zorunludur.
- ✓ *Karşılaştırılabilir* ölçüm sonucu ancak yapılan ölçümün ortak bir referansa karşı *izlenebilir* olması ile mümkündür. (Metrolojik Yaklaşım)
- ✓ İzlenebilirlik ölçüm sonuçlarının *karşılaştırılabilir* olmasını sağlamak için gerekli bir *araçtır*.

İzlenebilirlik

Nedir ?

✓ İzlenebilirlik bir ölçüm sonucunun veya bir *standardın değerinin* belirli referanslarla, genellikle ulusal veya uluslar arası standartlarla, tamamının *ölçüm belirsizliği belirlenmiş* olan *kesintisiz* bir karşılaştırmalı bir ölçüm zinciri ile ilişkilendirilebilmesi özelliğidir.

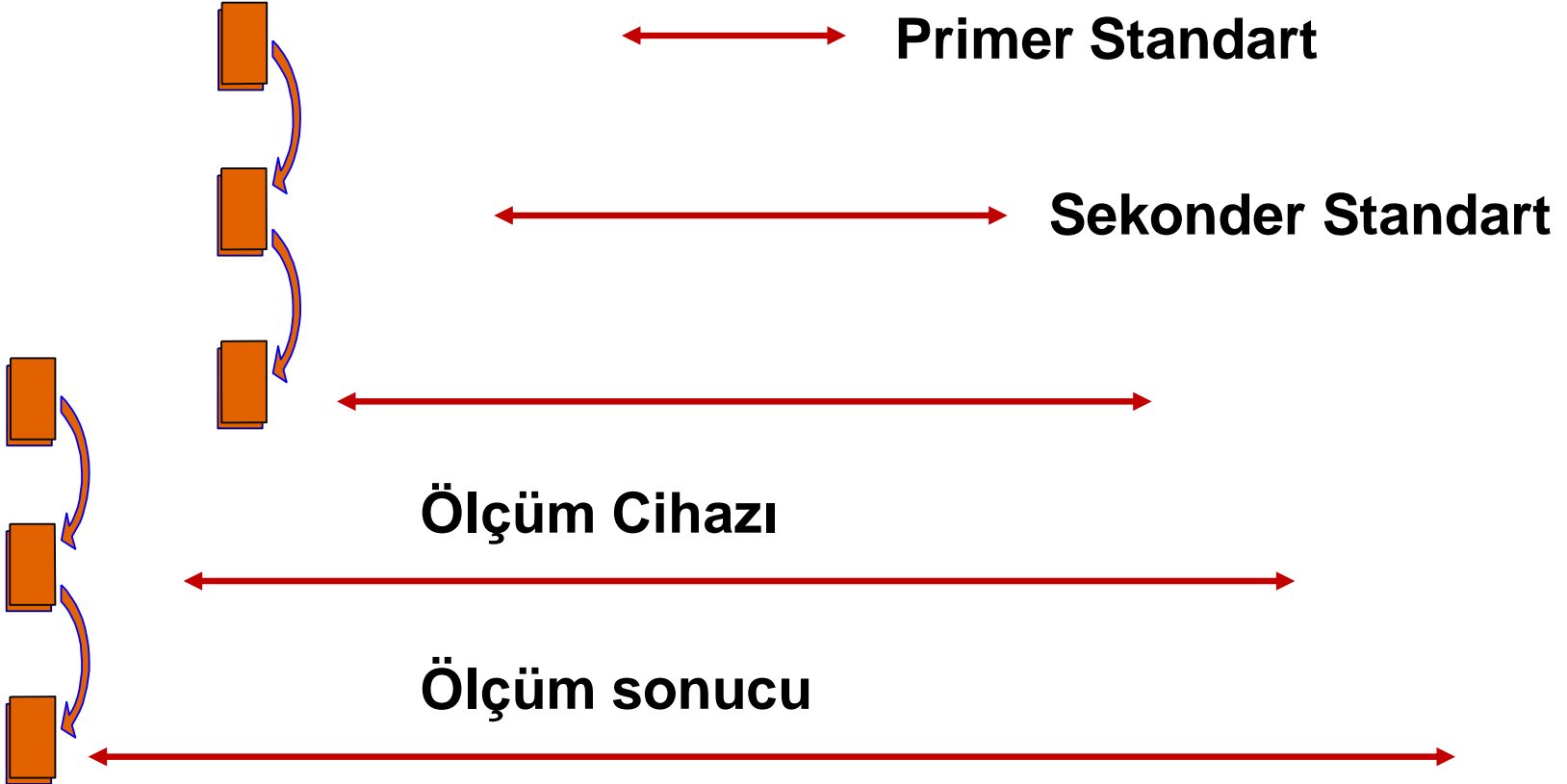
Neden gereklidir ?

✓ Farklı yerlerde ve zamanlarda yapılan ölçüm sonuçlarının kalitesini (güvenilirliğini) karşılaştırabilmek için ölçüm sonuçları ortak bir referansa karşı izlenebilir olmalıdır.

Nasıl?

✓ Ölçüm cihazı izlenebilir standartla (ulusal/uluslararası) kalibrasyon yaparak

İzlenebilirlik, Nasıl ?



İzlenebilirlik, Nasıl?

Kimyasal Analizlerde İzlenebilirliğin Sağlanması

- ✓ Primer ölçüm metodu kullanarak
- ✓ Saf standartlarla ölçüm sistemini kalibrasyonunu yaparak
- ✓ Sertifikalı referans madde kullanarak ölçüm yaparak
- ✓ Belirlenmiş ve kabul edilmiş bir ölçüm yöntemi uygulayarak

İzlenebilirlik için gerekli referanslar

- ✓ Kalibre edilmiş ölçüm cihazları
- ✓ Referans madde, Sertifikalı referans maddeler
- ✓ Metot validasyonu

Kalibrasyon

Kalibrasyon 5N+1K

- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Ne zaman yapılmalıdır?
- ✓ Nasıl yapılmalıdır ?
- ✓ Nerede ?
- ✓ Kim ?

Kalibrasyon

Nedir ?

- ✓ *Belli kořullarda bir ölçüm cihazının gösterdiği deęer ile referansın gösterdiği deęer arasındaki iliřkiyi belirlemek için yapılan işlemlerdir.*
- ✓ *Kalibrasyon sonucunda ölçüm cihazının gösterdiği deęerin referans deęerle farkı belirlenir. (sapma-sistematiik hata)*
- ✓ *Ölçüm cihazının kalibrasyon belirsizlięi belirlenir.*
- ✓ *Kalibrasyon aslında bir gözlemdir ve ayar işlemi içermez ???*

Kalibrasyon

Nedir ?

Kalibrasyon, ayar, düzeltme faktörü

- ✓ Kalibrasyon sonucunda ölçüm cihazının gösterdiği değer ile referans değer belirlenir ve karşılaştırılır.
- ✓ Aradaki fark ölçüm cihazının hata sınırları içerisinde ise cihaz doğrudan kullanılabilir.
- ✓ Hata sınırları dışında ise ;
 - ✓ Ölçüm cihazı ayar yapılır
 - ✓ Düzeltme faktörü hesaplanır ve ölçüm sonucu düzeltme faktörü ile düzeltilerek kullanılır.

Kalibrasyon

Neden?

- ✓ *Bir ölçüm cihazı ile yapılan ölçüm sonucunun doğruluğu ve güvenilirliği, ölçüm cihazının izlenebilir standartlara karşı kalibrasyonunun yapılması ile mümkündür.*
- ✓ *Cihazların kalibrasyon kararlılığı bir çok faktöre bağlı olarak farklılıklar göstermektedir.*
- ✓ *Cihazların kullanım süresi içerisinde zamanla kalibrasyonunda sapmalar olmaktadır.*
- ✓ *Bu nedenle ölçüm cihazları kullanım süresince periyodik olarak yeniden kalibre edilmeleri gerekmektedir.*
- ✓ *Ölçüm cihazlarının ölçüm amacına uygun doğrulukta ölçüm yapması, uygun aralıklarla kalibrasyon yaparak sağlanabilir.*

Kalibrasyon

Ne zaman ?

- ✓ *Ölçüm cihazlarının ölçüm amacına uygun doğrulukta ölçüm yapması uygun aralıklarla kalibrasyon yaparak sağlanabilir.*

Kalibrasyon periyodu:

- ✓ *Cihazın tipine ve modeline (??)*
- ✓ *Cihazın kullanım süresine ve sıklığına (??)*
- ✓ *Cihazın kararlılığına (??)*
- ✓ *Kalibrasyon periyodunu belirlerken en önemli kriter, bir sonraki kalibrasyon yapıldığında cihaz belirlenen sınırlar içinde olmalıdır.*

Kalibrasyon

Nasıl ?

- ✓ Kalibrasyon ölçüm koşullarında cihazın izlenebilir referans standartlarla karşılaştırmalı ölçümle yapılır.

Kalibrasyon için;

- ✓ Kalibrasyon prosedürü olmalıdır
- ✓ İzlenebilir kalibrasyon standardı olmalıdır,
- ✓ Kalibrasyon yapan kişi yeterli bilgi ve deneyime sahip olmalıdır,
- ✓ Uygun kalibrasyon şartları sağlanmalı (!!?)
- ✓ Kalibrasyon sonuçları belgelendirilmelidir. (kalibrasyon sertifikası düzenlenerek).

Kalibrasyon

Nerede ?

- ✓ *Kalibrasyonu yapılan cihaz kullanım koşullarında kalibre edilmelidir.*
- ✓ *Veya kalibrasyon değeri kullanım koşullarında da geçerli olmalıdır.*

Kalibrasyon

Kim ?

- ✓ *Kalibrasyon konusunda akredite olmuş kalibrasyon laboratuvarı*
- ✓ *Kalibrasyon için yeterli koşulları oluşturan laboratuvar kendi kalibrasyonlarını yapabilir.*
- ✓ *Kalibrasyon için yeterli bilgi ve deneyime sahip kişiler tarafından yapılmalıdır.*
- ✓ *Her iki durumda da kalibrasyon yeterli bilgi ve deneyimli kişiler tarafından yapılmalıdır.*

Kalibrasyon

Laboratuvarda Dahili Kalibrasyon Şartları ?

Akredite bir laboratuvarın dahili kalibrasyon için gerekli koşullar:

- ✓ 1-Kalibrasyon prosedürü-talimatı hazırlamalı*
- ✓ 2-Kalibrasyon için gerekli altyapı ve referans standartlara sahip olmalı*
- ✓ 3-Kalibrasyon yapacak yeterli bilgi ve deneyimli personel
(Eğitim gerekebilir, şart değil, yeterli değil, yaptığı kalibrasyonla yeterliliğini kanıtlamalı)*
- ✓ 4-Kalibrasyon sonuçlarını raporlamalı*

Kalibrasyon

Laboratuvarda Kalibrasyonu Gerekli Cihazlar

Test ve Analiz Laboratuvarda kullanılan cihazlar kullanım amacına göre üç ana gruba ayrılır.

1-Ölçüm Cihazları

2-Test cihazları

- ✓ Test koşullarını sabit tutmak için*
- ✓ Test sonucunu ölçmek için*

3-Analizde kullanılan cihazlar

- ✓ Ölçüm cihazları*
- ✓ Deneysel prosedürde sabit koşulları sağlamak amacıyla kullanılan cihazlar*
- ✓ Deneysel prosedürde kullanılan cihazlar*

Kalibrasyon

1-Ölçüm Cihazları

Ölçüm prosedüründe belirtilen ölçüm aralığında ve hassasiyetinde olmalı ve mutlaka izlenebilir standartlarla kalibre edilmelidir.

Örnek:

- ✓ Örnek tartımında kullanılan terazi,*
- ✓ Standart çözelti hazırlarken kullanılan balon hacmi*
- ✓ Titrasyonda alına örnek hacmi, titrasyon sarfiyatı*

Kalibrasyon

2-Test Cihazları

Testte sabit test koşullarını sağlamak amacıyla kullanılan cihazlar testte belirtilen şartları sağlayacak şekilde kalibre edilmelidir.

Testte ölçüm amacıyla kullanılıyorsa belirtilen ölçüm aralığında ve hassasiyetinde olmalı ve mutlaka izlenebilir standartlarla kalibre edilmelidir.

Örnek:

- ✓ Dissolüsyon testinde banyo sıcaklığı, devir hızı*
- ✓ Çekme testinde çekme mukavemeti*
- ✓ Mikrobiyolojik testte inkübatör sıcaklığı*

Kalibrasyon

3-Analizde kullanılan Cihazları

- ✓ Ölçüm cihazları ; belirtilen ölçüm aralığında ve hassasiyetinde olmalı ve mutlaka izlenebilir standartlarla belirlenen periyotlarla kalibre edilmelidir.
- ✓ Sabit şartları sağlayan cihazlar; Prosedürde belirtine sabit şart kriterine göre kalibre edilmelidir.
- ✓ Örnek:
- ✓ Gravimetrik analizde örnek tartımı için kullanılan terazi
- ✓ Sabit şartları sağlamak için kullanılan etüv

Kalibrasyon Sertifikası Bilgileri

Kalibrasyonu yapılan cihazla ilgili bilgiler

- ✓ Cihazın Adı
- ✓ Üreticisi tip
- ✓ Seri numarası
- ✓ Cihazın ölçüm aralığı ve hassasiyeti

Kalibrasyonda kullanılan referans standart veya cihazla ilgili bilgiler

- ✓ Referansın adı
- ✓ Kalibrasyon tarihi
- ✓ İzlenebilirliği
- ✓ Belirsizliği

Kalibrasyon

Kalibrasyon sertifikası bilgileri:

- ✓ *Referans standardın değeri*
- ✓ *Cihazın gösterdiği değer*
- ✓ *Sapma (Cihaz değeri-Referans değeri)*
- ✓ *Belirsizlik*

Ek bilgiler:

- ✓ *Kalibrasyonda kullanılan referansın izlenebilirliği*
- ✓ *Kalibrasyon ortam koşulları (Sıcaklık, nem ??)*

Nominal Hacim (ml)	Ölçüm Sonucu (ml)	Sapma (ml)
100	99.5	0.5

- ✓ *Belirsizlik 0.05 ml (k=2)*

Kalibrasyon

Kalibrasyon sertifikası bilgileri:

Kalibrasyon sertifikasında iki tür bilgi bulunmaktadır.

1-Doğruluk ile ilgili bilgiler(sapma, hata)

- ✓ *Kalibrasyonu yapılan cihazın gösterdiği değerle referansın gösterdiği değer arasındaki ilişki belirlenir.*
- ✓ *Cihazın gösterdiği değerle referansın değeri arasındaki fark cihazın teknik özelliklerinde belirtilen toleransın dışında ise cihaz ayarlanmalıdır.*
- ✓ *Analog cihazlarda bu ayarlama bir ayar vidası yardımı ile yapılmaktadır.*
- ✓ *Dijital ve mikro-prosesörlü cihazlarda genellikle bu ayar kalibrasyon fonksiyonu ile yapılmaktadır.*

Kalibrasyon

Kalibrasyon sertifikası bilgileri:

Kalibrasyon sertifikasında iki tür bilgi bulunmaktadır.

2- Belirsizlik Bilgisi (tekrarlanabilirlik)

- ✓ Kalibrasyon belirsizliđi, tolerans içinde olan cihazın kalibrasyon belirsizliđi hesaplanır.*
- ✓ Kalibrasyon laboratuvarları kalibrasyon sonucu cihazın gösterdiđi deđerin cihazın tolerans deđerleri içinde olup olmadıđının kontrolünü yapmamaktadırlar.*
- ✓ Bu deđerlendirmeyi cihazı kullanan laboratuvarın yapması gerekmektedir.*

Kalibrasyon

Nedir ? Kalibrasyon, ayar, düzeltme faktörü

✓ Örnek:

Balon kalibrasyon verileri:

Nominal Hacim (ml)	Ölçüm (ml)	Sonucu	Sapma (ml)	Tolerans (ml)	Yorum
100	99.5		0.5	0.2	Uygun değil

İletkenlik Ölçüm cihazı kalibrasyon sonucu

Referans değer (us/cm)	Ölçüm Sonucu(us/cm)	Sapma	Tolerans (±)	DF=1014/1050=0.97
1014	1050	36	5	Uygun değil

Kalibrasyon

Nedir ? Kalibrasyon, ayar, düzeltme faktörü

✓ Örnek:

Mikropipet kalibrasyon verileri

100-1000 ul dijital pipet

Nominal Hacim (ul)	Ölçüm Sonucu (ul)	Sapma (ul)	Firma Tolerans (Accu %)
100	111	+11	6
500	508	+8	4
1000	996	-4	3
Belirsizlik	±0.13 ul		

Analiz Cihazları Kalibrasyonu

- ✓ **Cihaz kalibrasyonu:** Ölçüm cihazının fiziksel parametrelerinin kalibrasyonu (örneğin dalga boyu, absorpsiyon, akış hızı gibi)
(Direct calibration-*Fiziksel kalibrasyon*)
- ✓ **Analitik kalibrasyon:** Analiz edilen kimyasal madde konsantrasyonu ile ölçüm cihazından elde edilen sinyal arasındaki bağıntıyı belirleme işlemi
(Indirect Calibration- Proses *kalibrasyonu-Kimyasal kalibrasyon*)

UV Spektrofotometre Dalga Boyu Kalibrasyonu

Cihaz	UV Spectrophotometer			
Cihaz seri No	52413			
Kalibrasyon tarihi	12.12.2001			
Sıcaklık	24			
Kalibrasyonu Yapan				
Band Geniřliđi	2 nm			
Filtre Cinsi	Holium Oksi Seri No:		4587986A	
Filtre Dalga Boyu(nm)	Ölçülen Dalga Boyu(nm)	Dalga Boyu Tolerans(nm)	fark(nm)	Sonuç
279.3	279.1	0.3	0.2	KABUL
287.4	287.2	0.3	0.2	KABUL
360.9	360.7	0.3	0.2	KABUL
418.7	418.5	0.3	0.2	KABUL
453.2	453.1	0.3	0.1	KABUL
536.2	536.1	0.3	0.1	KABUL
656.1	655.9	0.3	0.2	KABUL

UV Analitik Kalibrasyon

Normal Kalibrasyon

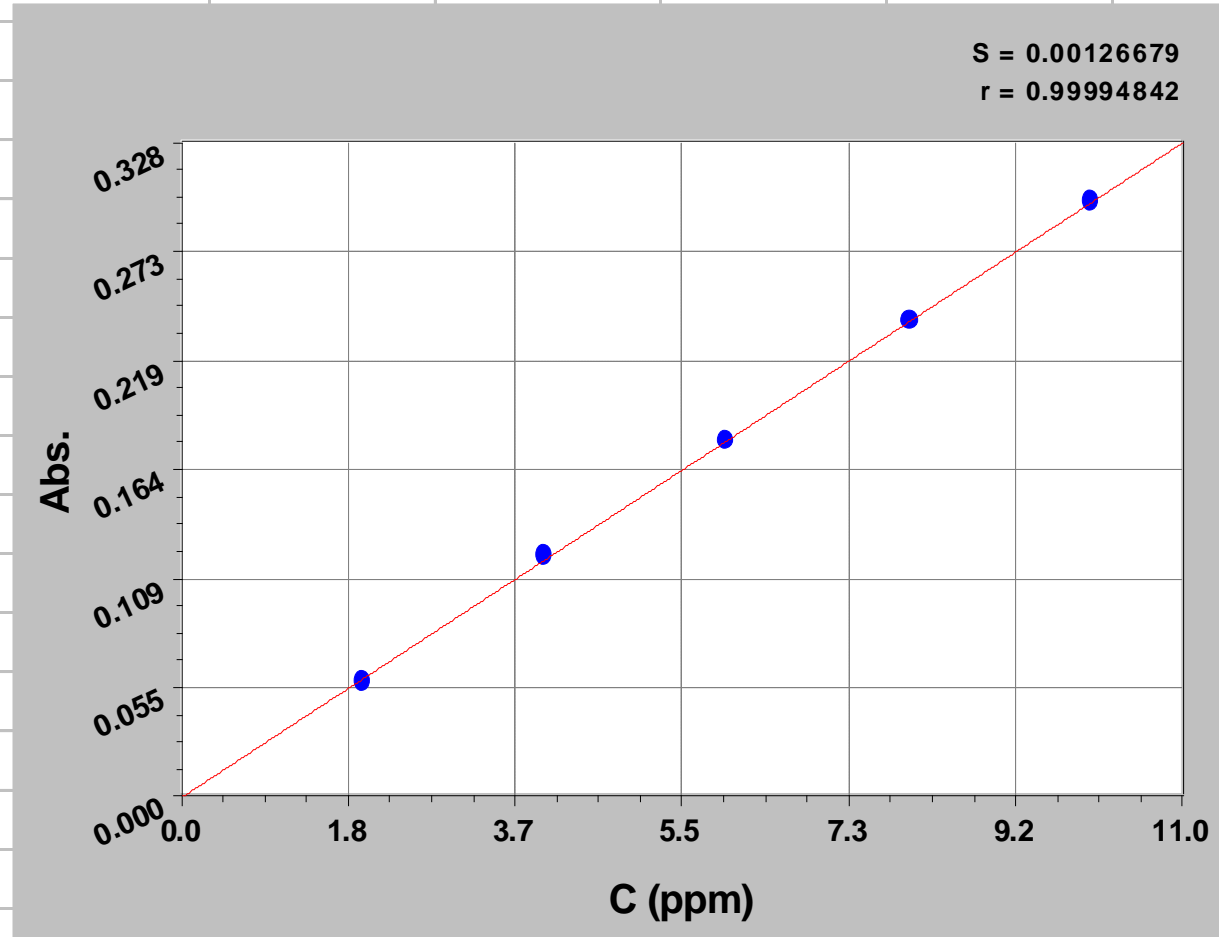
C(ppm)	Abs.
0	0.000
2	0.058
4	0.121
6	0.178
8	0.238
10	0.298

Örnek	0.162
Cör(ppm)	5.4

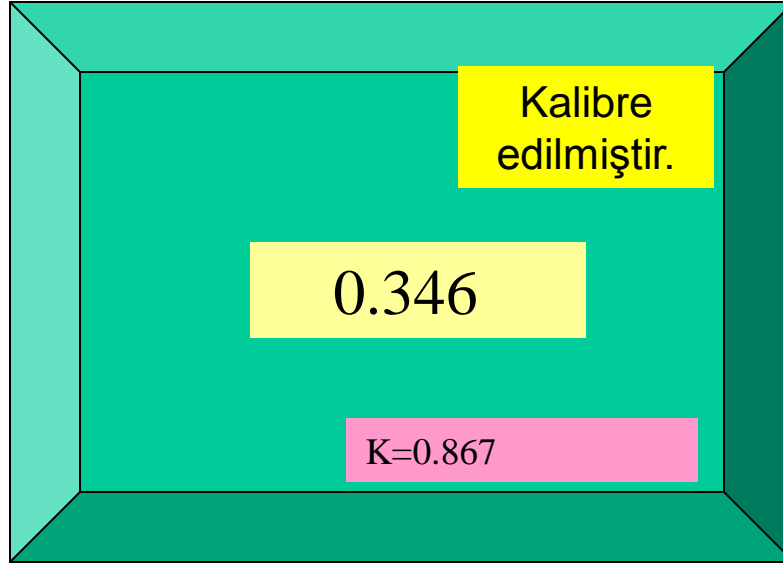
Linear Fit: $y=a+bx$

Coefficient Data:

a =	-0.00024
b =	0.029814



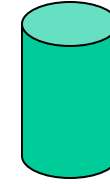
Fiziksel Ölçme ve Kalibrasyon



Ölçüm Cihazı

Kalibrasyon= Karşılaştırma

Kalibrasyon= Karşılaştırma



Referans: 0.300

$f(\text{cihaz})=k*\text{Standart}$

$k=0.300/0.346=0.667$

Analiz Cihazları Validasyonu ve Kalibrasyonu

(validasyon-dođrulama-performans testleri)

Cihaz Validasyonu 5N+1K

- ✓ Nedir ?
- ✓ Neden gereklidir?
- ✓ Ne zaman yapılmalıdır?
- ✓ Nasıl yapılmalıdır ?
- ✓ Nerede ?
- ✓ Kim ?

Cihaz Validasyonu 5N+1K

- ✓ *Teknik Özellikler (Specification Qualification(SQ))*
- ✓ *Montaj (Installation Qualification (IQ))*
- ✓ *Çalışma –fonksiyon test (Operational Qualification (OQ))*
- ✓ *Performans Testleri (Performance Qualification (PQ))*
- ✓ *Bakım testleri (MQ)*
- ✓ *SQ—IQ---OQ---PQ---MQ---PQ..... MQ—PQ.....*

Validasyon /Kualifikasyon

- ✓ *Validasyon* bir cihazın veya sistemin belirlenen spesifik koşulları yerine getirdiğinin test edilerek onaylanmasıdır.
- ✓ *Verifikasyon (Doğrulama)* Bir cihazın veya sistemin belirli koşulları yerine getirdiğinin doğrulanması (test içermez).
- ✓ *Kalifikasyon* ise validasyon sürecinin belli bir bölümünü oluşturan kısmının performansını ölçmek için yapılan testlerdir.
- ✓ *Ara Kontrol (Doğrulama)* : Cihazın kalibrasyon durumunu kontrol etmek için standart kullanılarak yapılan ölçüm işlemi .
- ✓ Standart için ölçülen değer belirlenmiş aralığın dışına çıkmışsa kalibrasyon yenilenir.

Kimyasal analizlerde analitik cihazının işlevi

Analitik Cihazın Performans Özellikleri

- ✓ Tekrarlanabilirlik
- ✓ Hassasiyet
- ✓ Spesifiklik
- ✓ Ölçüm Aralığı (Lineer Aralık)

PQ: Performans Kualifikasiyon FAAS (hava -Asetilen)

- ✓ Cu elementi ile yapılır
 - ✓ Alev atomizasyon performans testi
 - ✓ Analitik hassasiyet testi
 - ✓ Analitik kesinlik testi

Spesifikasiyon: 5 ppm Cu için

-Sensitivity (Abs) >0.750

-Precision (%) <0.5 olmalıdır.

AAS Alev sistem performansı

Ölçüm	Cu(5 ppm)
1	0.760
2	0.765
3	0.758
4	0.760
5	0.758
6	0.762
7	0.765
8	0.762
9	0.763
10	0.764
Ortalama	0.762
%RSD	0.34
Spesifikasyon	
Absorbans	>0.750
%RSD	<0.50

Kalibrasyon

Ne zaman ?

- ✓ *Ölçüm cihazlarının ölçüm amacına uygun doğrulukta ölçüm yapması uygun aralıklarla kalibrasyon yaparak sağlanabilir.*

Kalibrasyon periyodu:

- ✓ *Cihazın tipine ve modeline (??)*
- ✓ *Cihazın kullanım süresine ve sıklığına (??)*
- ✓ *Cihazın kararlılığına (??)*
- ✓ *Kalibrasyon periyodunu belirlerken en önemli kriter, bir sonraki kalibrasyon yapıldığında cihaz belirlenen sınırlar içinde olmalıdır.*

Kalibrasyon Kontrolü (Ara Kontrol)

- ✓ Belirlenmiş kalibrasyon periyodu içerisinde kalibrasyonun geçerli olduğunu kanıtlamak için yapılan ölçme işlemi
- ✓ Ara kontrol kriteri (gerçek değerden sapma miktarı) belirlenir
- ✓ Ara kontrol periyodu belirlenir
- ✓ Ara kontrol için kullanılacak standart belirlenir

Kalibrasyon Kontrolü (Ara Kontrol)

- ✓ Ara kontrol kriteri (gerçek değerden sapma miktarı) belirlenir
- ✓ Gerçek değerden sapma miktarının ölçülen- raporlanan sonuca gelecek hata-belirsizlik miktarına göre belirlenir.
- ✓ Kullanılan cihazın tekrarlanabilirliğinden yararlanılarak belirlenir.
- ✓ Tekrarlanabilirlik standart sapmanın 2 veya 3 katı (2SD, 3SD) sapma miktarı olarak belirlenir.

Kalibrasyon ve Ara Kontrol

Ara kontrol periyodu

- ✓ Ara kontrol yapıldığında % 95 olasılıkla belirlenen kontrol limitleri içerisinde kalacak bir periyot belirlenir.
- ✓ Cihazın kararlılığına göre belli bir süre ara kontroller yapıldıktan sonra belirlenebilir.
- ✓ Başlangıçta daha sık bir kontrol periyodu belirlenir.
- ✓ Daha sonra elde edilen sonuçlara göre kontrol periyodu artırılabilir.