



DSİ Laboratuvarları

P7.6

## Ölçüm Belirsizliğinin Değerlendirilmesi Prosedürü

Revizyon Tarihi : 12.06.2019

Revizyon No : 01

Hazırlayan	İmza	Onaylayan	İmza
İbrahim BERKSOY		Dr. Nurettin PELEN	



## 1. AMAÇ ve KAPSAM

Bu doküman, TS EN ISO/IEC 17025 standardının Madde 7.6 Ölçüm belirsizliğinin değerlendirilmesi şartlarını kapsar. Bu dokümanın amacı; DSİ Laboratuvarlarında yapılan laboratuvar faaliyetlerinde ölçüm belirsizliğinin hesaplanması, değerlendirilmesi ve ifade edilmesi amacıyla bir sistem oluşturmaktır.

## 2. SORUMLULUK

Ölçüm belirsizliğinin değerlendirilmesi ile ilgili yöntemlerin geliştirilmesi ve bu alandaki uygulamalarda DSİ Laboratuvarları birimleri arasında gerekli koordinasyonu sağlanmasından DSİ TAKK Dairesi Başkanlığı sorumludur.

Bu dokümanda yer alan şartların görev, yetki ve sorumluluk çerçevesinde uygulamasından, tüm DSİ Laboratuvarları personeli sorumludur.

## 3. TERİMLER VE TANIMLAR

Bu dokümanda, Kaynaklar Bölümünde belirtilen standartlara ilave olarak aşağıda verilen terimler ve tanımlar kullanılır:

### Ölçüm (Measurement)

Bir büyüklüğün değerini tayin etme amacıyla yapılan faaliyetler dizisi. Faaliyetler otomatik olarak yapılabilir.

### Ölçülen büyüklük (Measurand)

Ölçüme tabi tutulan belirli büyüklük. Ölçülen büyüklüğün tarifinde zaman, sıcaklık ve basınç gibi büyüklükler hakkında bilgi verilmelidir.

### Kesinlik (Accuracy of measurement)

Uzlaşılan şartlar altında elde edilen bağımsız deney sonuçları ile ölçülen büyüklüğün gerçek değeri arasındaki yakınlık derecesi.

### Gerçeklik (Trueness of measurement)

Deney sonuçlarının büyük bir serisinden elde edilen ortalama değer ile kabul edilen bir referans değer arasındaki yakınlık derecesi. Gerçeklik, çalışılan malzemeye göre farklı şekillerde adlandırılabilir. Gerçeklik çalışması referans malzeme ile yapıldığında “bias”; standart madde ile yapıldığında “geri kazanım” olarak adlandırılmaktadır.

### Tekrarlanabilirlik (Repeatability)

Bir ölçüm cihazı kullanılarak; aynı parça üzerinde, aynı değişkenin, aynı gözlemci tarafından birçok kez ölçülmesi sonucunda elde edilen sonuçlar arasındaki yakınlık derecesi. Tekrarlanabilirlik çalışma parametreleri; aynı ölçüm metodu, aynı gözlemci, aynı ölçme cihazı, aynı konum, aynı kullanım şartları ve kısa zaman aralığında tekrar şeklindedir.

### Tekrar üretilebilirlik veya Uyarlık (Reproducibility)

Farklı ölçüm koşulları altında gerçekleştirilen, ölçülen aynı büyüklüğe ait birbirini izleyen ölçüm sonuçları arasındaki ortalamaların yakınlık derecesi. Uyarlık çalışma parametreleri; ölçüm metodu, gözlemci, ölçme cihazı, referans standart, konum, kullanım şartları ve zaman şeklindedir.

**Ölçüm belirsizliği (Uncertainty of measurement)**

Ölçüm sonucu ile beraber yer alan ve ölçülen büyüklüğe makul bir şekilde karşılık gelebilecek değerlerin dağılımını karakterize eden parametre. Bu parametre, bir standart sapma, standart sapmanın bilinen bir katı veya beyan edilen bir güven aralığının yarı genişliği olabilir. Ölçüm belirsizliği, genel olarak A tipi belirsizlik ile B tipi belirsizlik bileşenlerinden oluşur.

**Ölçüm hatası (Error of a measurement)**

Ölçüm sonucundan, ölçülen büyüklüğe ait gerçek değer çıkarılması ile elde edilen değer.

**Bağıl hata (Relative error)**

Ölçüm hatasının, ölçülen büyüklüğün gerçek değerine bölünmesi ile elde edilen değer.

**Rasgele hata (Random error)**

Ölçüm sonucundan, tekrarlanabilirlik koşulları altında gerçekleştirilen aynı ölçülen büyüklüğe ait sonsuz sayıdaki ölçüm ortalamasının çıkarılması ile elde edilen değer.

**Sistemik hata (Systematic error)**

Ölçüm sonuçları ortalamasından, ölçülen büyüklüğün gerçek değerinin çıkarılması ile elde edilen değer.

**Standart belirsizlik (Standard uncertainty)**

Ölçüm sonuçlarının dağılımının standart sapma olarak hesaplanan değeri.

**A tipi belirsizlik (Type A uncertainty)**

Deney sırasında gözlenen verilerin istatistiksel yöntemlerle değerlendirilmesiyle elde edilen belirsizlik.

**B tipi belirsizlik (Type B uncertainty)**

Deney sırasında gözlenen verilerin istatistiksel olmayan yöntemlerle değerlendirilmesiyle elde edilen belirsizlik.

**Birleşik standart belirsizlik (Combined standard uncertainty)**

Bir ölçümün pek çok sayıda başka değerlerden elde edilmiş sonucunun standart belirsizliği. Bu değerlerdeki değişimlerin ölçüm sonucunu nasıl etkilediği göz önüne alınarak hesaplanan varyans veya covaryans ifadeleri toplamının pozitif kareköküne eşittir.

**Genişletilmiş belirsizlik (Expanded uncertainty)**

Ölçülen bir niceliğin beklentiye göre ölçüm sonucunu değerlerinin büyük bir kısmını içeren belirsizlik.

**Kapsam faktörü (Coverage factor)**

Genişletilmiş belirsizliği hesaplamak amacıyla bileşik belirsizlikle çarpılan sayısal faktör. Pratikte, kapsam faktörünün değeri 2 ve 3 arasında bulunmaktadır.

**GUM (Guide to the expression of uncertainty in measurement)**

Ölçümde belirsizliğin ifade edilmesine yönelik kılavuz.

**Matris**

Kimya deneylerinde analiz yapılacak numunede analizi yapılacak kimyasal türün dışındaki maddeler.

**Varyans ( $s^2$ )**

Ortalamaya ilişkin, standart sapmanın karesi

**Kovaryans**

İki değişken arasındaki varyasyon

**Geçerli Kılma (Validasyon)**

P7.2 Yöntemlerin Seçilmesi, Doğrulanması ve Geçerli Kılınması Prosedürüne bakınız

**Doğrulama (Verifikasyon)**

P7.2 Yöntemlerin Seçilmesi, Doğrulanması ve Geçerli Kılınması Prosedürüne bakınız

**4. UYGULAMA****4.1. Ölçüm Belirsizliği**

Laboratuvarda gerçekleştiren çeşitli test, analiz ve ölçümlerden elde edilen sonuçlara eşlik eden ve sonuçların değerlendirmesinde vazgeçilmez olan ölçüm belirsizliğinin, her deney metodu için hesaplanması gerekir. Genel olarak ölçüm belirsizliği hesabı, P7.2 Yöntemlerin Seçilmesi, Doğrulanması ve Geçerli Kılınması Prosedürüne göre metot geçerli kılma/doğrulama çalışmaları tamamlandıktan yapılır. Hesaplanan ölçüm belirsizliği analiz sonucunun kullanım amacına uygunsu bu metot analiz amacıyla rutin olarak kullanılır. Hesaplanan belirsizlik amaca uygun değilse (karar vermek için yeterli belirsizlikte değilse) ya başka metot seçilir veya metotta gerekli iyileştirmeler uygulanarak istenen belirsizlik değeri elde edilir.

Ölçüm belirsizliğinin doğru tahmin ve hesaplanması belli bir deneyim ve uzmanlık gerektirir. Bu nedenle ölçümün prensibini anlamış, metot geçerli kılma ve ölçüm belirsizliği konusunda eğitim almış, yeterli bilgi ve deneyime sahip yetkin personel tarafından hesaplanmalıdır.

Bir deney sonucunun ölçüm belirsizliği ile ilgili olası bir çok kaynak vardır. Farklı oranlarda belirsizliğe neden olabilen olası belirsizlik kaynakları, genel olarak aşağıdaki şekilde sıralanabilir ancak bunlarla sınırlı değildir:

- Numune almadan kaynaklanan belirsizlik
- Numune saklama koşullarından gelen belirsizlik
- Ölçüm sisteminden (cihazdan) gelen belirsizlik
- Stokiyometriden gelen belirsizlik
- Kullanılan kimyasal maddelerin saflığından gelen belirsizlik
- Kalibrasyon işleminden gelen belirsizlik
- Ölçüm koşullarından (çevre koşulları) kaynaklanan belirsizlik
- Numune hazırlama etkisi (geri kazanım, girişim, matriks etkisi)
- Hesaplama hatalarından gelen belirsizlik
- Blank düzeltme hatalarından (özellikle eser analizlerde) gelen belirsizlik
- Personelden kaynaklanan ölçüm hatalarından (okuma, metodu uygulama vb.) gelen belirsizlik
- Rastgele hatalar (A tipi)
- Sistemik hatalar (B tipi)

Her deney için, ilgili ölçüm belirsizliğini hesaplamak amacıyla önce, tüm deney süreci gözden geçirilerek ve uygulama esnasında karşılaşılan koşullar incelenerek ölçüm sonucunu etkilediği düşünülen tüm parametreler olası belirsizlik kaynağı olarak belirlenir. Özellikle metotta deney sonucunun hesaplanması için kullanılan ve üzerindeki etkileri tanımlayan kapsamlı bir eşitlik olması durumunda, öncelikle buradaki



girdiler dikkate alınır. Toplam belirsizlik bütçesine katkısı olan belirsizlik kaynakları yaygın olarak kullanılan balık kılçığı çizelgesi veya liste halinde, F 0 16 00 70 Deney Belirsizliklerini Ölçme ve Değerlendirme Formunda, birimlerin kendilerine uygun oluşturdukları sistem formlarında veya ölçüm belirsizliği raporunun içerisinde gösterilir. Kabul görmüş farklı belirsizlik hesaplama yöntemleri ile tüm bileşenlerin bütçeye katkısı (ayrı ayrı katkıları belirlenerek veya bileşenlerin katkısını kapsayan verileri kullanarak) hesaplanarak “birleşik standart belirsizlik” ve birleşik standart belirsizliğin k faktörü ile çarpılmasından “Genişletilmiş belirsizlik” belirlenir.

## 4.2. Belirsizlik Bileşenleri ve Belirsizliğin İfade Şekilleri

### 4.2.1. Standart belirsizlik

Her bir kaynaktan gelen belirsizlik, standart belirsizlik olarak hesaplanır. Belirsizlik bileşenlerin bir kısmının ölçüm belirsizliğine katkısı, ölçüm serilerinin sonuçlarından (mevcut tekrarlanan ölçüm sonuçlarından) istatistiksel yöntemler kullanılarak hesaplanır. Bu şekilde standart belirsizliği istatistiksel analize dayalı olarak belirleme yöntemine “A tipi belirsizlik hesaplama yöntemi” ve bu şekilde hesaplanan belirsizlik bileşenlerine “A tipi belirsizlik kaynakları” denir.

Diğer bileşenlerin ölçüm belirsizliğine katkısı ise daha önceki ölçümlerden elde edilen verilerle (kalibrasyon, referans madde vb. sertifikalarda bulunan veriler, üretici firma veri ve sonuçları, el kitaplarından alınan referans veriler, İlgili malzemeler ve kullanılan cihazlar konusundaki deneyim ve daha önce edinmiş bilgiler vb.) hesaplanır. Bu şekilde standart belirsizliği istatistiksel analizden farklı yollarla belirleme yöntemine “B tipi belirsizlik hesaplama yöntemi” ve bu şekilde hesaplanan belirsizlik bileşenlerine “B tipi belirsizlik kaynakları” denir.

### 4.2.2. Birleşik standart belirsizlik

Bütün belirsizlik bileşenlerinin birleştirilmesiyle (genelde bütün belirsizliklerin karelerinin toplamının karekökü) elde edilen belirsizliğe denir.

### 4.2.3. Genişletilmiş belirsizlik

Genişletilmiş belirsizlik, birleşik standart belirsizliğin “k faktörü (Kapsam Faktörü)” ile çarpılmasından elde edilir. Genelde %95’lik bir güven aralığı için  $k=2$  kullanılır.

## 4.3. Belirsizlik Hesaplarında Kullanılan İstatistiksel Dağılımlar

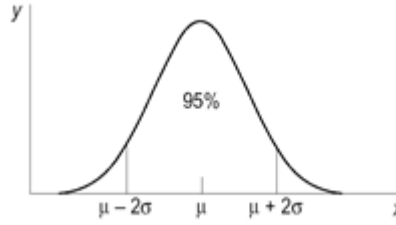
Tanımlanmış olan her bir belirsizlik bileşeni; doğrudan ölçümler yapılarak, kalibrasyon sertifikalarından, literatür bilgilerinden, önceki deney sonuçlarından veya teorik bilgilerden yararlanılarak A veya B tipi olmak üzere uygun olasılık dağılımları kullanılarak ayrı ayrı hesaplanır. Belirsizlik hesabında en çok kullanılan İstatistiksel olasılık dağılımları,

- Normal dağılım
- Dikdörtgen dağılımı
- Üçgen dağılım
- U tipi dağılımdır.

### 4.3.1. Normal dağılım

Belirsizlik hesaplamada ister A tipi, ister B tipi olsun, bir belgede (örneğin kalibrasyon veya referans malzeme sertifikası vb.) şayet k sayısı 2 olarak ve/veya güven aralığı %95 olarak veriliyorsa, o dağılım

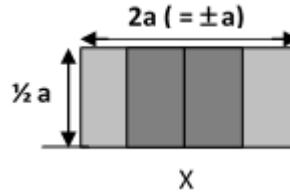
normal dağılım olarak kabul edilir. Normal dağılım, tekrarlanan gözlemlerin değerlendirilmesinde dolayısıyla A tipi Belirsizlik Hesaplama Yönteminde kullanılır.



Eğer daha önceden hesaplanmış (örneğin kalibrasyon veya referans malzeme sertifikalarında) bir belirsizlik değeri ( $\pm a$ ) kullanılacak ise yani B Tipi Belirsizlik Hesaplama Yönteminde; standart belirsizliği bulmak için belirsizlik değeri kapsam faktörüne ( $k$ ) bölünür. B tipi dağılımlarda  $k$  sayısı veya güven aralığı verilmiyorsa dağılımın, normal dağılım olmadığına hükmedilerek standart belirsizlik dikdörtgen, üçgen veya nadiren "U" dağılımdan bulunur.

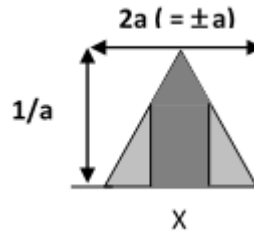
#### 4.3.2. Dikdörtgen dağılım

Sertifikalarda ya da parametrenin özelliğini belirten diğer belgelerde güven aralıkları veya  $k$  sayıları verilmeden sadece limitler belirtilmişse (olasılık bakımından, girdi büyüklüğü hakkında değişim sınırları dışında başka bilgi sahibi olmadığı durumlar), gerçek değer tanımlanmış iki limitin arasında herhangi bir yerde olabileceği düşünülerek dikdörtgen dağılım kullanılır. Dağılımın hangi tür olduğunun bilinmediği veya kuşku duyulduğu durumlarda daima dikdörtgen dağılım alınır. Örneğin, pipet hacmi ( $25 \pm 0,05$ ) ml, olarak verilmiş, bu toleransın hangi güven aralığında olduğu verilmemiş ise 24,95 ml - 25,05 ml. Belirsizlik:  $u(x)=a/\sqrt{3}$  şeklinde hesaplanır.



#### 4.3.3. Üçgen dağılım

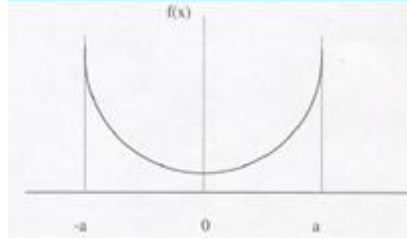
Güven aralıkları verilmemesine rağmen, ölçüm sonuçlarının limit değerlerden ziyade anma değerine yakın olma (merkezde toplanma) olasılığı güçlü olduğu durumlarda (hacimsel ölçüm araçlarında ve ara doğrulama ölçüm sonuçlarının anma değerine çok yakın sonuçlar verdiği durumlar gibi) üçgen dağılım kullanılır. Belirsizlik:  $u(x)=a/\sqrt{6}$  şeklinde hesaplanır.





#### 4.3.4. U dağılımı

Diğer taraftan, ölçülen değerlerin limitlere (uçlara) yakın olması daha olası ise, U biçimli dağılım daha uygun olabilir (Örneğin, termostatlı ısıtıcılar, duyarlı olmayan klimalarla ısıtılan odalarda sıcaklık ayar değerine göre izin verilen limit değerlere gitme eğilimindedir). Belirsizlik:  $u(x)=a/\sqrt{2}$  şeklinde hesaplanır



#### 4.4. Ölçüm Belirsizliği Tahmini için Yaklaşımlar ve Hesap Yöntemleri

Ölçüm belirsizliği hesaplamalarında kullanılan farklı yaklaşımlar ve yöntemler mevcuttur. Laboratuvarlar, ölçüm belirsizliği hesaplamak için EUROLAB, EURACHEM ve EA vb. tarafından oluşturulan yaklaşım ve yöntemlerden birini kullanabilir. Belirsizliklerin hesaplanarak tahmin edilmesi ve beyanına ilişkin TÜRKAK prensiplerini açıklayan “R20.02 Deneysel/Analiz Sonuçlarındaki Ölçüm Belirsizliği Tahmini için TÜRKAK Prensipleri” dokümanında bu yaklaşımlar özetlenmiştir.

Genel olarak, ölçüm belirsizliği tahmini için “Model Yaklaşımı” ve “Ampirik Yaklaşım” olmak üzere iki temel yaklaşım ve bu yaklaşımların altında toplam 4 temel yöntem vardır.

##### 4.4.1. Model yaklaşım

Ölçülen büyüklüğün tanımlanarak model fonksiyonun yazılması esasıyla sonuçları etkileyen olası her bir belirsizlik kaynağının ayrı ayrı tanımlanması ve her bir kaynağın ölçüm belirsizliğine katkısının hesaplanması, sonra belirsizlik bileşenlerinin değerlendirme yöntemine göre "A" ve "B" olarak iki kategoride (istatistiksel metotlarla hesaplanan A Tipi ile istatistiksel olmayan metotlarla elde edilen ve sonrasında bileşenleri varyans cinsinden ifade edilen B Tipi olmak üzere) gruplandırılması ve bunların matematiksel olasılık teorisine göre tek bir varyans değeri vermek üzere birleştirilmesi şeklinde özetlenebilir. Bu yaklaşım “Aşağıdan Yukarıya (Bottom-Up)” yaklaşım olarak da tanımlanmaktadır. Bazı durumlarda “Klasik ISO GUM” veya “Bileşen - Bileşen” veya “Model Yaklaşımı” veya “tümdengelim (deductive)” metodu olarak da tanımlanmaktadır.

##### 4.4.2. Ampirik yaklaşım

Metot geçerli kılma, kalite kontrol grafikleri, metot performans ve LAK-YT çevrimlerinden elde edilen verilerin kullanımı ile ölçüm belirsizliğinin hesaplanması şeklinde özetlenebilir. Bu yaklaşım “Yukarıdan Aşağıya (Top-Down)” yaklaşım veya “Ampirik Yaklaşım” veya “tümevarım (inductive)” olarak tanımlanmaktadır.

Model yaklaşımı, her bir belirsizlik bileşeninin ayrı ayrı tespit edilip çalışıldığı veya nicel büyüklük olarak ifade edildiği durumlarda oldukça faydalı olabilir. Ancak pek çok deneysel ölçümde tüm belirsizlik bileşenlerinin dahil edilmesinin zor olması nedeni ile bu yaklaşımla gerçek ölçüm belirsizliğinden daha düşük değerler elde edildiği bilinmektedir. Bu durum özellikle, sonuçların rastgele etkiler olarak düşünülebilecek önemli ve öngörülemeyen etkilere maruz kaldığı durumlarda ya da kapsamlı matematiksel model üretmenin mümkün olmadığı durumlarda geçerlidir. Böyle durumlarda laboratuvar, alternatif yaklaşımlar kullanılmalı, belirsizliğin bütün bileşenlerini tanımlamaya çalışmalı, mümkün olan en iyi tahmini



yapmalı ve yazılan raporun belirsizlik hakkında yanlış fikir vermemesini sağlamalıdır. Ölçüm belirsizliği hesaplamalarında birden fazla belirsizlik kaynağının etkisini bir arada içeren metot geçerli kılma ve metot performans (kalite kontrol) verilerinin kullanımı ile tüm belirsizlik bileşenlerini dahil etme olasılığı artırılabilir ve ölçüm belirsizliği tahmin süreci önemli ölçüde basitleştirilebilmektedir.

Bu şekilde belirsizlik tespitinin temeli mevcut bilgidir (laboratuvarın yapacağı özel bir bilimsel çalışma gerektirmez). Metot performansı hakkındaki veriler genellikle aşağıdaki kaynaklardan elde edilebilir:

- Metodu uygulamadan önce gerçekleştirilen geçerli kılma ve doğrulama çalışmalarından elde edilen veriler
- İç kalite kontrol çalışmalarına ait veriler (Kalite kontrol kartları vb.)
- ISO 5725'e uygun laboratuvarlar arası ortak çalışmalar
- Dış kalite değerlendirme verileri (LAK/YT çevrimlerinden elde edilen)

Genel olarak bu iki yaklaşımla ölçüm belirsizliği hesaplama yöntemleri, verilerin laboratuvar içi veya laboratuvar dışı çalışmalardan elde edilmiş olmasına göre aşağıdaki şekilde gruplanabilir.

Laboratuvar İçi / Arası	Yöntem	Yaklaşım
Laboratuvar İçi Yapılan Çalışmalar Yolu İle Ölçüm Belirsizliği	ISO GUM Yöntemi	Model Yaklaşımı
	Tek Laboratuvar Geçerli Kılma Yöntemi	Ampirik Yaklaşım
Laboratuvarlar Arası Çalışmalar Yolu İle Ölçüm Belirsizliği	Laboratuvarlar Arası Çalışma ile Geçerli Kılma Yöntemi	Ampirik Yaklaşım
	LAK/YT Testleri Yöntemi	Ampirik Yaklaşım

Ayrıca bunların dışında sadece kimyasal metotlarda kullanılabilen “Horwitz Eşitliği İle Ölçüm Belirsizliği belirleme” yöntemi vardır.

DSİ laboratuvarları farklı alanlarda hizmet verdiği için her laboratuvarın kendi alanları için en uygun yaklaşımı seçmesi ve ölçüm belirsizliğini amaçlanan kullanıma uygun olacak şekilde değerlendirir. Genel olarak mekanik ve fiziksel deneyler için uygulaması kolay olduğu için ISO GUM yöntemi tercih edilir.

Bu prosedür kapsamında yukarıdaki tüm yöntemler hakkında bilgi verildikten sonra, DSİ laboratuvarlarındaki farklı teknik alanlar için çoğunlukla kullanılacak ISO GUM yöntemi verilmiştir. Alternatif yaklaşımlar ve hesaplama yöntemlerine ilişkin detaylı bilgilere ilgili kaynaklardan ulaşılabilir ve kullanacak laboratuvar tarafından talimatı hazırlanabilir.

#### 4.5. ISO GUM Yöntemi

Belirsizliğin değerlendirilmesinde yaygın olarak kullanılan Modelleme Yaklaşımı ISO GUM metodunda açıklanmıştır. Bu yaklaşımda, ölçüm büyüklüğüne önemli oranda etki eden büyüklüklerin karşılıklı ilişkilerini formül halinde ifade eden bir matematiksel model esas alınmaktadır.

Bu metotla ölçüm belirsizliği beş adımla tanımlanır. Bu adımlar Şekil 1’de gösterilmiştir.

Adım 1: Ölçülen büyüklüğün tanımlanması





Adım 2: Belirsizlik kaynaklarının tanımlanması

Adım 3: Belirsizlik bileşenlerinin hesaplanması (Standart belirsizlik)

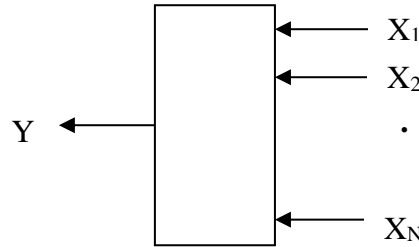
Adım 4: Birleştirilmiş Standart Belirsizliğin hesaplanması

Adım 5: Genişletilmiş Belirsizliğin Hesaplanması

### Adım 1: Ölçülen Büyüklüğün Tanımlanması

Ölçülen büyüklük (Y) ile bağımlı girdi parametreleri ( $X_i$ ) arasındaki ilişki matematiksel olarak:

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$$



şeklinde ifade edilir. Çıktı değerini (Y), girdi değerlerinden ( $X_i$ ) nasıl elde edildiğini tanımlayan model fonksiyonu “f”, düzeltmeler ve düzeltme faktörleri dahil, ölçüm belirsizliği bütçesine önemli katkısı olabilecek tüm parametreleri içermelidir. Başkanlığımız laboratuvarlarında gerçekleştirilen mekanik ve fiziksel deneylerin çoğunda girdi değerleri ile çıktı değerleri arasındaki fonksiyon (eşitlik) metotta verilir.

Bu eşitlik girdi değerlerle çıktı değerler arasındaki ilişkiyi veren geçici matematiksel model olarak alınır ve ilave etkenler (orijinal eşitlikte yer almamasına karşın bazı parametrelerin (örneğin nem, sıcaklık, pH vb.) ölçüm belirsizliğini etkilediği düşünülüyorsa bu parametreler) ile bu ilişki tamamlanır.

**Örnek 1:** Yoğunluk ölçülüyorsa yoğunluk kütlenin hacme oranına eşittir.

$Y = f(x)$  fonksiyonumuz,  $d = f(m,v)$  dir. İlişki  $d=m/v$  olarak tanımlanır.

### Adım 2: Belirsizlik Kaynaklarının Tanımlanması

Fonksiyonu oluşturan her bir girdiden yola çıkarak ve operatör, rastgele etkiler vb. gibi olası etkiler de dikkate alınarak belli başlı belirsizlik kaynakları tanımlanır. İstenilen durumlarda kılçık (neden-sonuç) diyagramı çizilir.

### Adım 3: Belirsizlik Bileşenlerinin Hesaplanması - Standart Belirsizlik

Tanımlanmış olan her bir belirsizlik bileşeni; doğrudan ölçümler yapılarak, kalibrasyon sertifikalarından, literatür bilgilerinden, önceki deney sonuçlarından veya teorik bilgilerden yararlanılarak A veya B tipi olmak üzere uygun olasılık dağılımları kullanılarak ayrı ayrı hesaplanır. Tüm sonuçların daha sonraki işlemlerde kullanılabilmesi için bir standart sapma cinsinden ifade edilmeleri gerekmektedir. Buna göre ister A tipi, ister B tipi olsun şayet k sayısı ve/veya güven aralığı veriliyorsa o dağılım normal dağılım olarak kabul edilip verilen k sayısına bölünerek, k sayısı veya güven aralığı verilmiyorsa dağılımın normal dağılım olmadığına hükmedilip uygun dağılımlardan biri (dikdörtgen, üçgen veya nadiren “U” dağılımı) kullanılarak standart belirsizlik bulunur.



Terazilerin, kumpasların, mikrometrelerin veya hacim ölçümlerinde kullanılan laboratuvar malzemelerinin (pipet, balon, büret vb.) tekrarlanabilirliğini ölçmek için yapılan çalışmalarda bulunan standart sapma değerleri doğrudan standart belirsizlik olarak alınır.

#### Adım 4: Birleştirilmiş Standart Belirsizlik (Combined Standard Uncertainty)

Saptanan belirsizlik kaynakları için standart belirsizlikler ( $u_i$ 'ler) hesaplandıktan sonra bunların birleştirilmesi ile Birleştirilmiş Standart Belirsizlik ( $u_c$ ) elde edilir. Bütün belirsizlik bileşenlerinin birleştirilmesi, "Belirsizliklerin Yayılma Yasası'na (law of propagation of uncertainty)" göre yapılır ve standart sapmalar cinsinden belirlenen standart belirsizlik bileşenleri "kareler toplamının kare kökü (RSS)" yöntemi ile birleştirilir.

#### Korelasyonun Olmadığı Durumda Bileşik Belirsizliğin Bulunması

Ölçülen büyüklük  $Y$  ve bunun tahmini değeri  $y$ ,  $Y$ ' nin birleştirilmiş standard belirsizliği  $U_c(y)$  ise girdi değerlerinin ( $x_1, x_2, \dots, x_n$ ) standard belirsizliği aşağıdaki şekilde

$$U_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left[ \frac{\partial f}{\partial x_i} \right]^2 U^2(x_i)$$

$U(x_i)$ , Tip A veya Tip B yöntemiyle hesaplanmış standard belirsizliklerdir.

$\frac{\partial f}{\partial x_i}$  kısmi türevleri duyarlılık katsayısı olarak adlandırılır ve " $C_i$ " ile gösterilir. Bu, katsayı tahmini girdi değerleri  $x_i$  deki küçük değişimlere karşın fonksiyondaki ( $y$ ) değişimi gösterir. Buna göre;

$$U_c^2(y) = \sum_{i=1}^N [C_i \cdot U(x_i)]^2$$

yazılabilir.

Duyarlılık katsayıları ( $C_i$ ) " $f$ " fonksiyonundan hesaplanabileceği gibi deneysel yöntemlerle de bulunabilir.

#### Korelasyon Bulunması Durumunda Birleşik Belirsizliğin Hesaplanması

Eğer fonksiyonu oluşturan girdi değerleri bağımsız değilse veya ikisi arasında korelasyon varsa bu korelasyon durumu belirsizlik hesaplamalarında ilaveten göz önüne alınmalıdır.

$$U(x_i, x_k) = U(x_i) U(x_k) r(x_i, x_k), \quad (i \neq k) \text{ dır.}$$

Korelasyon derecesi "Korelasyon katsayısı"  $r$  "ile ifade edilir.

$$R(x_i, x_k); \quad i \neq k \text{ ve } |r| \leq 1$$

$P$  ve  $Q$  iki nicelik ise ve bu iki nicelik için aynı anda gözlemlenmiş " $n$ " adet bağımsız

gözlem çifti varsa  $\bar{p}$  ve  $\bar{q}$  aritmetik ortalamaları için kovaryans



$$S(\bar{p}, \bar{q}) = \frac{1}{n(n-1)} \sum_{j=1}^n (p_j - \bar{p})(q_j - \bar{q}) \text{ yazılabilir.}$$

Korelasyon durumunda 4.2.1’de verilen  $U_2(y)$ ’nin hesaplanma formülü modifiye edilmelidir.

$$U_2(y) = \sum_{i=1}^N C_i^2 U^2(X_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{k=i+1}^N C_i C_k U(x_i, x_k)$$

$C_i$  ve  $C_k$  Duyarlık katsayıları olup

$$U_2(y) = \sum_{i=1}^N U_i^2(y) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{k=i+1}^N U_i(y) U_k(y) r(x_i, x_k) \text{ yazılabilir.}$$

Belirsizliklerin birleştirilmesinde duyarlık katsayıları kullanmaksızın (kısmi türev almaksızın) pratik yoldan yararlanılabilir. Eğer fonksiyonumuz sadece toplama, çıkarma veya çarpma, bölme ise pratik yol uygulanır.

<b>Pratik Yol (Toplama ve Çıkarma İşlemleri)</b>	
$y = (p + q + r + \dots)$ Birleşik Standart Belirsizlik $U_c(y)$ $U_c(y(p, q, \dots)) = \sqrt{u(p)^2 + u(q)^2 + \dots}$	Örnek: $y = a + b - c$ $U_c(y) = \sqrt{U_a^2 + U_b^2 + U_c^2}$
Her bir değişkenin mutlak standart belirsizliklerinin ( $u$ ) kareleri toplamının karekökü birleşik belirsizliği verir.	
<b>Pratik Yol (Çarpma ve Bölme İşlemleri)</b>	
$y = (p \cdot q \cdot r)$ $y = p / (q \cdot r)$ Birleşik Belirsizlik $U_c(y)$ $U_c(y) = y \sqrt{\left[\frac{u(p)}{p}\right]^2 + \left[\frac{u(q)}{q}\right]^2 + \dots}$	Örnek: $y = \frac{a \cdot b}{c \cdot d}$ $U_c(y) = y \cdot \sqrt{\left[\frac{u_a}{a}\right]^2 + \left[\frac{u_b}{b}\right]^2 + \left[\frac{u_c}{c}\right]^2 + \left[\frac{u_d}{d}\right]^2}$
Her bir değişkenin bağıl standart belirsizliklerinin ( $u$ ) kareleri toplamının karekökü birleşik belirsizliği verir.	

**Pratik Yol (Toplama ve Çıkarma ile Çarpma ve Bölme İşlemleri karışık)**

Önce toplama ve çıkarma işlemlerini sonra çarpma ve bölme işlemleri yapılır.

Örnek 1:

$$y = \frac{a-b}{c}$$

$$Z = a - b \rightarrow y = \frac{Z}{c}$$

$$u_z = \sqrt{u_a^2 + u_b^2}$$

$$u_c(y) = y \cdot \sqrt{\left(\frac{u_z}{Z}\right)^2 + \left(\frac{u_c}{c}\right)^2} = y \cdot \sqrt{\frac{u_a^2 + u_b^2}{(a-b)^2} + \left(\frac{u_c}{c}\right)^2}$$

**Adım 5. Genişletilmiş Belirsizliğin (Expanded Uncertainty) Hesaplanması**

Genişletilmiş belirsizlik “U” tahmini veya “y” sonuç değerinin standard belirsizliği “U(y)”nın bir “k” kapsam faktörü ile çarpılması sonucu bulunur.

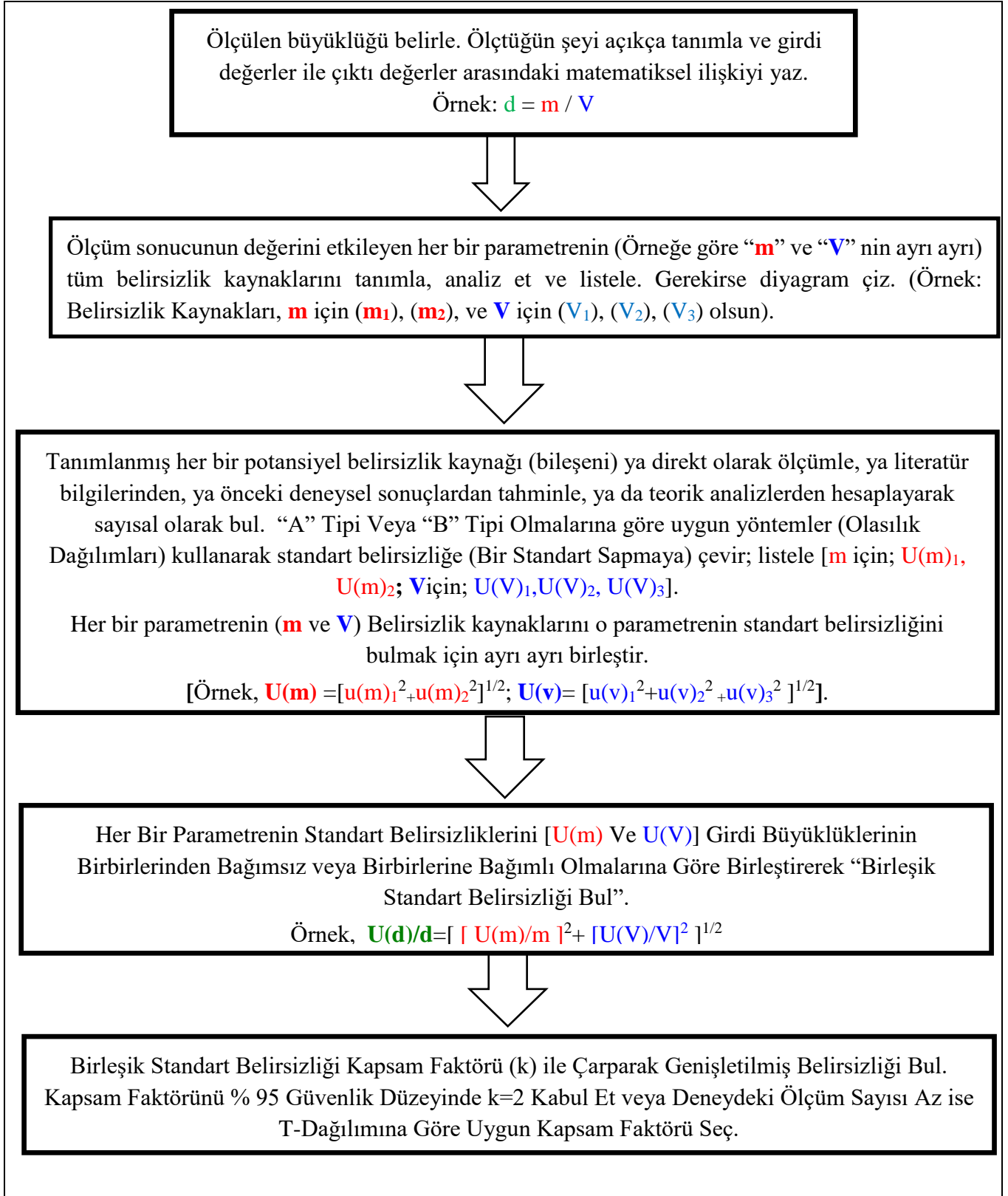
$$U = k u_c(y)$$

Normal olarak % 95 güvenilirlik için k=2 seçilir. Ancak serbestlik derecesi 6’dan aşağı için bu değer yetersiz olabilir.

$$k=2 \text{ için } U = 2 u_c(y) \text{ (% 95 olasılık)}$$



## Ölçüm Belirsizliği Hesaplamaları Algoritması



Şekil 1. ISO GUM metodunun beş adımının kısa anlatımı.



#### 4.6. Tek Laboratuvar Geçerli Kılma yöntemi

Tek laboratuvar geçerli kılma yöntemine göre ölçüm belirsizliği tahmini için, metot performansı hakkındaki veriler (bias ve laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik/orta kesinlik verileri) ya metot geçerli kılma veya doğrulama çalışmalarından ya da iç kalite kontrol (örneğin kontrol kartı) çalışmalarından elde edilir.

##### 4.6.1. Metot geçerli kılma veya doğrulama sırasında elde edilen veriler ile ölçüm belirsizliği

Metodun uygulanma öncesinde, amaca uygunluğunun veya uygulanabilirliğinin kontrolü amacıyla gerçekleştirilen geçerli kılma veya doğrulama çalışmaları sonucunda ölçüm belirsizliği tahmini ile ilgili önemli veriler toplanmaktadır. Kesinlik ve gerçeklik verileri genellikle hangi deney alanı olursa olsun ve ister geçerli kılma ister doğrulama çalışması olsun metot performans verisi olarak elde edilen ve belirsizlik değerinin tahmini için doğrudan bilgi sağlayan parametrelerdir. Ayrıca hangi ölçüm belirsizliği metodu kullanılırsa kullanılsın ölçüm belirsizliğinin en büyük ve önemli bileşenleridir. Bu yöntemin arkasındaki temel prensip kesinlik ve biastan hesaplanan ölçüm belirsizliklerinin birleştirilmesine dayanır. Bu bağlamda sistematik hataları ölçmek için gerçeklik (bias/geri kazanım), rastgele hataları ölçmek için kesinlik çalışmaları mutlaka yapılır ve bu performans verileri de ölçüm belirsizliği hesabında mutlaka kullanılır. Bias hatalarının önemsiz seviyelerde tutulabildiği deneylerin çoğunda (ampirik metotların çoğunda) ölçüm belirsizliğinin en önemli bileşeninin kesinlik bileşeni olduğu da unutulmamalıdır.

Bu yöntemle ölçüm belirsizliği tahmini yapıldığında metot performansını belirlemeye yönelik deneysel çalışmalar dikkatlice yapılmalıdır. Yapılacak kesinlik çalışmaları normal koşullarda ölçüm sonucunu etkilediği düşünülen tüm parametreleri (çevre, zaman, insan, laboratuvar araç ve gereçleri, kimyasal maddeler vb.) kapsamalıdır. Bu nedenle olabildiğince uzun zaman diliminde ve farklı koşulları kapsayacak şekilde elde edilen ve orta/ara kesinlik veya laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik (uyarlık) olarak adlandırılan standart sapma değeri kesinlik verisi olarak kullanılır. Buna rağmen sadece (tek başına) ara kesinlik değerini kullanmak, tüm etkilerin değerlendirilip değerlendirilmediği ve değerlendirilmeyen etkilerin ihmal edilebilir olduğu gösterilmedikçe yetersiz olur. Bu nedenle ilave belirsizlik kaynaklarını belirlemek için yaklaşım olarak önce tüm belirsizlik kaynaklarının bir listesini oluşturulur ve hangi belirsizlik kaynaklarının mevcut kesinlik verisi tarafından yeterince hesaba katıldığı kontrol edilir (mevcut verilerin kapsadığı belirsizlik kaynaklarını listeden çıkarılır). Genel olarak, birkaç etkinin aynı anda genel performansa katkıda bulunduğu durumlarda, tüm katkıların etkilerini ayrı ayrı elde etmek gerekmez; bu etkilerin hesaba katıldığı varsayılabilir. Kesinlik verisinin kapsamadığı etkiler (belirsizlik kaynakları) değerlendirilerek ya ihmal edilebilecek seviyede olduğu gösterilmeli ya da ilave belirsizlik kaynağı olarak değerlendirilmelidir.

Ölçüm belirsizlikleri genellikle farklı matriksler ve farklı ölçüm seviyeleri/derişim aralıkları için farklı olduğundan, kesinlik çalışmalarında deney metodunun ölçüm aralığı ve kapsadığı matriksler göz önüne alınmalıdır. Geniş bir ölçüm aralığına sahip metotlarda matriks farklılıkları (varsa) göz önüne alınmalı ve değişik seviyelerde (örneğin, düşük, orta ve yüksek derişim seviyesi) çalışılmalı ve standart sapmalarla deney seviyeleri arasındaki ilişkiler araştırılmalıdır. Düşük seviyede yapılacak çalışmalarda tayin sınırı (LOQ) ve varsa yasal sınır değerler yer almalıdır. Çıkan sonuçlara göre gerekirse ölçüm belirsizlikleri hesaplanırken matriks ve seviye farklılıkları göz önüne alınmalıdır.

Metot geçerli kılma veya doğrulama çalışmaları sonucunda elde edilen verilerden ölçüm belirsizliği tahmin etmede, bias/geri kazanım olarak elde edilen gerçeklik verileri de metodun ölçüm belirsizliğinin önemli bir bileşenidir. Laboratuvarlar sistematik hatalardan kaynaklanan ve biasa yol açan hatalarını tespit edip ortadan kaldırmak için gerekli çalışmaları yapmalı ve biaslarını istatistiksel olarak önemsiz kabul edilecek



seviyelere çekmelidir. Önemsiz seviye olarak şayet ilgili deney metodunda geri kazanım veya gerçeklik değerleri öngörülmüş ise o değerlere uygun çalışılması, verilmemiş ise istatistiksel teknikler (örneğin “t” testi) kullanarak laboratuvarda yapılan bias hatasının önemsiz olduğunun ispatlanması anlaşılır. Bias hesaplanması; sertifikalı referans malzeme kullanımı, referans metotla karşılaştırma, geri kazanım çalışmaları (CRM veya standart malzeme ile spike yaparak) veya laboratuvarlar arası karşılaştırma deney sonuçlarından biri veya birkaçı kullanılarak yapılabilir (P7.2 Yöntemlerin Seçilmesi, Geçerli kılınması ve Doğrulması prosedüründe anlatıldığı gibi). Biasın önemli çıkması ve yapılan çalışmalarla önemsiz seviyelere çekilememesi durumunda ya sonuçta düzeltme yapılır ya da bias ölçüm belirsizliğine dahil edilir.

#### Ölçüm Belirsizliği

$$U(y)^2 = S_{RW}^2 + u(\text{bias})^2$$

$$U(y) = [S_{RW}^2 + u(\text{bias})^2]^{1/2}$$

$S_{RW}^2$ =Orta kesinlik varyansı (Laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik varyansı)

$U(\text{bias})^2$ =Metot ve laboratuvar biasının toplam varyansı

#### 4.6.2. İç kalite kontrol çalışmalarına ait veriler ile ölçüm belirsizliği

Laboratuvarın geçerli kılma çalışmaları sırasında ortaya koyduğu performansın devam edip etmediğinin kontrol etmesi amacıyla düzenli aralıklarla iç kalite kontrol faaliyetleri yapması gerekmektedir. Bu iç kalite kontrol çalışması sonucunda uzun bir sürede elde edilen verilerin dağılımı belirsizlik değerlendirmesi için değerli bir veri kaynağı oluşturmaktadır. Bu tür bir veri kümesine ait standart sapma (iç kalite kontrol laboratuvarı içi tekrar üretilirliğin bir göstergesi olacaktır), birçok potansiyel değişkenlik kaynağından ortaya çıkan değişkenliğin birleşik tahminini verir. Metot performans verileriyle (yukarıdaki) aynı şekilde elde edildiği müddetçe bu standart sapma, belirsizlik değerlendirmesinde kullanılır, aksi halde etkilerin tek tek ele alınması gerekir.

Kalite kontrol verilerine ait standart sapma ölçüm belirsizliği için kullanılmadan önce, sonuçların reddine ve düzeltici faaliyetlere neden olan veriler standart sapma hesaplamadan önce veri setinden çıkarılmalıdır.

Kalite kontrol verileri bazı durumlarda alt örnekleme, test malzemeleri arasındaki farklılıklar veya test malzemelerinin homojen olmamasından kaynaklanan etkileri kapsamayabilir. Bu durumda ölçüm belirsizliği hesaplarında kullanılması uygun olmaz.

#### 4.7. ISO 5725 veya Dengi Bir Standarda Göre Test Yöntemleri Performansı İçin Laboratuvarlar Arası Ortak Çalışma

Standart test metotlarında gerçeklik ve kesinlik verileri, genellikle ISO 5725 TS 5822 serisi standartları esas olarak yapılan laboratuvarlar arası çalışmalar ile belirlenir. Yapılan bu çalışmalar sonucunda o metoda ait tekrarlanabilirlik standart sapması (sr) ile tekrarüretilebilirlik (uyarlılık) standart sapması standart sapması (sR) veya türevleri (r, R, RSDr, RSDR; %CVr, %CVR vb.) belirlenir ve yayınlanır. Ayrıca, laboratuvarlar arasında yapılan bu çalışma, uygun referans malzemenin kullanılması durumunda gerçeklik tahmini için de veri (bilinen referans değeri ile ilgili olarak ölçülmüş sapma) sağlar. Bu veriler deney metodunda verildiğinde ve laboratuvar yapmış olduğu metot doğrulama çalışmaları ile bu değerleri sağlayabildiğini gösteriyorsa yani istatistiksel olarak metodun kontrol altında olduğunu kanıtlıyorsa ve metoda tam bir uyum sağlıyorsa deney metodunda verilen uyarlık standart sapmasını, ölçüm belirsizliği hesaplarında kullanabilir.



Bu durumda genellikle, uyarlık standart sapması (SR) birleşik standart belirsizlik olarak kullanılmakla birlikte bu verinin test sonuçlarının belirsizlik tahmininde kullanımı, TS ISO 21748 ve EURACHEM/CITAC rehberinde detaylı olarak ele alınmıştır.

#### 4.8. LAK/YT Verileri ile Belirsizlik Hesabı

Yeterlik testleri, bir laboratuvardaki genel performansı düzenli olarak kontrol etmek amacıyla yapılan dış kalite kontrol uygulamasıdır. Bir laboratuvar tarafından bir dizi yeterlik testi çevriminden elde edilen sonuçların dağılımı ölçüm belirsizliği hesaplamasında kullanılabilir. Dış kalite değerlendirme sonuçları ile ortaya konulan sistematik hatanın ölçüm belirsizliği hesaplamasında dikkate alınabilmesi için aynı koşullar dahilinde en az 6 başarılı çevrime katılım sağlanmış olmalıdır.

Genel olarak, yeterlik testleri bir laboratuvarın bir metodu doğru bir şekilde uygulayıp uygulamadığı konusunda bilgi verecek sıklıkta düzenlenmemektedir. Dahası bu çevrimlerde kullanılan malzemeler tıpkı deney sonuçları gibi farklı olacaktır. Bu nedenle, çok iyi tanımlanmış test malzemeleri ile ve aynı deney seviyelerinde veriler toplamak güçtür. Dahası, birçok çevrim, laboratuvar performansını değerlendirmek için, üzerinde uzlaşmış değerleri kullanır; bu da zaman zaman bağımsız laboratuvarlar için anormal sonuçlar yaratır. Belirsizlik değerlendirilmesinde/belirlenmesinde bu yaklaşımın kullanımı bu nedenle kısıtlıdır.

#### 4.9. Horwitz Eşitliği Yöntemi

Horwitz denklemi ( $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$  derişimler için) ve modifiye Horwitz denklemi ( $C < 1,2 \times 10^{-7}$  derişimler için); analite ve matrikse bağlı olmayan, yalnızca analit derişimine bağlı olarak değişen ve birçok rutin analiz metodu için geçerli olan genel kesinlik denklemleridir. Deney sonuçları derişim birimi (%; ppm;ppb; vb) cinsinden verilen kimyasal deneyler için uygulanabilirken ampirik metotlara uygulanmaz.

Horwitz oranı (HorRat) veya değeri ise basit bir performans parametresi olup kesinliğinin kabul edilebilirliği konusunda bilgi verir. Bu nedenle uygun olması durumunda kimyasal deneyler için metot geçerli kılma veya doğrulamada kesinlik verilerinin uygunluğunun değerlendirilmesi için kullanılabilir. Horwitz eşitliği, uygulanabildiği metotların ölçüm belirsizliği hesabında da kullanılabilir. Buna göre Horwitz eşitliğinden hesaplanan bağıl standart sapma (uyarlılık standart sapması) bileşik belirsizlik, bunun  $k=2$  (yaklaşık %95'lik bir güven aralığını veren kapsam faktörü) ile çarpılması ile genişletilmiş ölçüm belirsizliği olarak kabul edilir.

$u=RSDR$  (Horwitz eşitliğinden hesaplanan uyarlılık standart sapması)

$U=2u$

Buna göre belirlenen değişik derişimler için bulunan RSDR ve Genişletilmiş Ölçüm Belirsizlikleri (U) değerleri aşağıdaki çizelgede verilmiştir.

Çizelge 2 - Horwitz Eşitliğine göre değişik derişimler için bulunan RSDR ve Genişletilmiş Ölçüm Belirsizlikleri





Değişim	Kütle Fraksiyonu	RSDR (%)	U (k=2)
<b>100 %</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>4</b>
13,80 %	0,138	2,7	5,4
10 %	0,1	2,8	5,6
1 %	0,01	4	8
0,10 %	0,001	5,6	11,2
0,01 %	0,0001	8	16
1 ppm	0,0000001	16	32
10 ppm	0,00001	11	22
100 ppm	0,0001	8	16
120 ppb	0,00000012	21,8	43,6
<b>100 ppb</b>	<b>0,0000001</b>	<b>22</b>	<b>44</b>
<b>10 ppb</b>	<b>0,00000001</b>	<b>22</b>	<b>44</b>
<b>1 ppb</b>	<b>0,000000001</b>	<b>22</b>	<b>44</b>

#### 4.10. Belirsizlik Yönteminin Seçilmesi

Öncelikli olarak deney metodunda veya yasal otorite tarafından ölçüm belirsizliği değerinin veya ölçüm belirsizliği hesap yönteminin verilir verilmediğine bakılmalıdır. Bu tip yönlendirmeler varsa laboratuvarlar en azından ve öncelikli olarak buna uymalıdır. Ölçüm belirsizliğinin nasıl hesaplanacağına dair bilgileri içeren standart metod kullanıldığı zaman, deney metodu öngörülerine tam bir uyum göstermek koşulu ile standartta verilen ölçüm belirsizliği uygulamak yeterlidir. Eğer standartta analiz sonuçları için tipik bir ölçüm belirsizliği değeri verilmiş ise, laboratuvar bu değeri kullanabilir. Ancak bu durumda laboratuvarın P7.2 Yöntemlerin seçilmesi, doğrulanması ve geçerli kılınması Prosedürüne göre metod ile tamamen uyumlu olduğunu göstermesi gereklidir. Eğer standart tam olarak deney sonuçlarına dair ölçüm belirsizliği değerini içeriyor ise, ilave faaliyet gerekli değildir. Ancak bu durumda da laboratuvarın P7.2'ye göre metod ile tamamen uyumlu olduğunu göstermesi gereklidir.

Ölçüm belirsizliği tahminlerinin detayı teknik alanlara göre farklılık gösterebilir. Deney metodunda ölçüm belirsizliği ve hesaplama yöntemi ile ilgili bilginin yetersiz olması veya olmaması durumunda laboratuvarlar kendi deney alanları ile ilgili genel uygulamaları göz önüne alarak (o teknik alanla ilgili uluslararası ölçekte genel kabul görmüş ve bilimsel kaynaklarda tanımlanmış ölçüm belirsizliği metodlarını tercih ederek) ve elindeki veri havuzunu değerlendirerek uygun gördüğü bir metotla ölçüm belirsizliği hesabı yapabilir. Genel olarak tüm ölçüm belirsizliği metodlarının geçerli olduğu, hiç birinin diğerlerine üstün olmadığı bilinmelidir. Ayrıca, her yöntemin zayıf ve kuvvetli yönleri olduğu farkı ölçüm belirsizliği metodlarından farklı ölçüm belirsizliği değerleri bulunabileceği unutulmamalıdır. Ölçüm belirsizliğinin hesaplanmasında kullanılacak yaklaşım akreditasyon kapsamında yer alan her metod için ayrı ayrı belirlenir.

#### 4.11. Ölçüm Belirsizliği Hesaplamalarının Raporlanması ve Gözden Geçirilmesi

Ölçüm belirsizliği hesaplama çalışmaları ve sonuçları her bir deney için metod geçerli kılma/ doğrulama raporunun devamında veya ayrı olarak F 0 16 00 59 Çalışma Raporu Formu'nda raporlanır. Bu rapor en az aşağıdaki detayları içermelidir;

- Deney metodunu,



- Belirsizlik kaynaklarını (balık kılçığı veya liste şeklinde),
- Kullanılan belirsizlik yöntemini,
- Standart belirsizliklerin ve toplam belirsizliğin hesaplanmasını,
- İstatistiksel değerlendirmeleri (varsa)
- Deneye ait genişletilmiş belirsizlik bilgilerini ve gereken açıklamaları
- Deneysel çalışmaların ham verilerini (ek olarak).

Belirsizlik hesaplamasında tespit edilen belirsizlik kaynaklarının tümü birleşik belirsizliğe önemli bir (eşit) katkı sağlayamayabilir; pratikte muhtemelen daha az sayıda bileşen önemli ölçüde katkı yapar. Sadece bunların ölçüm belirsizliğine katkısını belirlemek için detaylı çalışmalar yapılabilir. R20.02 Deney/Analiz Sonuçlarındaki Ölçüm Belirsizliği Tahmini İçin TÜRKAK Prensipleri dokümanında belirtildiği gibi ölçüm belirsizliğine katkıda bulunan bileşenler, en büyük ölçüm belirsizliği bileşenin 1/3 den küçük ve bu bileşenlerin sayısı çok fazla değilse bunlar ihmal edilebilir, ölçüm belirsizliği hesaplamalarına dahil edilmez. Ancak bu bileşenlerin önemsiz oldukları gösterilmelidir. Bu amaçla her bileşenin katkısının ön çalışmalarla tahmini yapılmalı, bunun sonucunda da önemsiz olanlar elenmelidir.

Laboratuvar tarafından hesaplanan ölçüm belirsizliği, ara kesinlik koşullarında elde edilmiş laboratuvar içi tekrarüretilebilirlik değerinden veya yine laboratuvar içi üretilebilirlik olarak değerlendirilebilecek kalite kontrol verilerine ait kesinlik değerinden önemli derecede küçük ise ölçüm belirsizliği hesabı gözden geçirilmelidir.

P7.2 Yöntemlerin Seçilmesi, Doğrulanması ve Geçerli Kılınması Prosedürüne göre metot doğrulama çalışmaları tekrarlandığında, elde edilen yeni veriler ışığında ölçüm belirsizliği hesapları gözden geçirilerek ölçüm belirsizlikleri üzerinde revizyon yapıp yapılmayacağına karar verilir. Ancak, laboratuvara deney yapma yetkisi verilecek yeni bir personelin katılması, yeni elde edilen kalibrasyon sonuçlarının ölçüm belirsizliği üzerinde önemli etkiye sahip olması, yeni cihaz alımı, cihazlarda modifikasyon veya önemli parça değişimleri, yeni yeterlilik test sonuçlarının elde edilmesi gibi durumlarda, bunların ölçüm belirsizliği üzerindeki etkileri araştırılmalıdır. Yapılan çalışma sonuçları değişikliklerin ölçüm belirsizliği üzerinde önemli etkilere (olumlu veya olumsuz) sahip olduğunu gösterirse gerekli revizyonlar yapılmalıdır.

#### 4.12. Ölçüm Belirsizliğinin Raporlanması

Ölçüm belirsizlik tahmini:

- Deney sonucunun, ilgili belirsizlik uygulandığında tayin edilmiş bir tolerans veya sınır değere uygunluğu etkileniyorsa (örn: yasal mevzuat değerleri),
- Müşterinin talep etmesi halinde,
- Deney sonuçlarının geçerliliği veya uygulanması için gerekli olduğunda

deney sonucu ile birlikte rapor edilmelidir. Bunların olmadığı durumlarda ölçüm belirsizliğinin verilirip verilmeyeceğine laboratuvar tarafından karar verilir.

Deney sonucuna (y) ait ölçüm belirsizliği, aksi belirtilmedikçe genişletilmiş ölçüm belirsizliği olarak (U), % 95 güvenilirlik seviyesinde kapsam faktörü (k=2 gibi) verilerek mutlak veya bağıl (%) olarak verilir.

$$y \pm U \text{ veya } y \pm \% U$$

şeklinde ölçüm birimi ile birlikte beyan edilir.

**Örneğin**

Mutlak olarak;

2,65 mg/L  $\pm$  0,12 mg/L (Verilen ölçüm belirsizliği genişletilmiş ölçüm belirsizliği olup %95 güven seviyesini veren kapsam faktörü (k=2) alınarak hesaplanmıştır).

Bağıl olarak;

Ubağıl= 0,12/2,65 = 0,045 veya %4,5

2,65 mg/L  $\pm$  %4,5 (Verilen ölçüm belirsizliği genişletilmiş ölçüm belirsizliği olup %95 güven seviyesini veren kapsam faktörü (k=2) alınarak hesaplanmıştır).

**5. İLGİLİ DOKÜMANLAR**

- **KYS dokümanları**
  - P7.2 Yöntemlerin Seçilmesi, Doğrulanması ve Geçerli Kılınması Prosedürüne
  - F 0 16 00 59 Çalışma Raporu Formu
  - F 0 16 00 70 Deney Belirsizliklerini Ölçme ve Değerlendirme Formu
- **Belirsizlik için genel kaynaklar**
  - TS 5822-1 ISO 5725-1 “Ölçme metotlarının ve sonuçlarının doğruluğu (gerçeklik ve kesinlik) bölüm 1: Genel prensipler ve tarifler”,
  - JCGM 100:2008 “Ölçüm verilerinin değerlendirilmesi - Ölçümlerde belirsizliğin ifadesi için rehber”,
  - JCGM 200:2008 Uluslararası metroloji sözlüğü - Temel ve genel kavramlar, ilgili terimler (VIM), TÜBİTAK-UME, 2008.
  - ISO/IEC Guide 98-1:2009 Uncertainty of measurement - Part 1: Introduction to the expression of uncertainty in measurement (TSE tarafından yayımlanmıştır),
  - ISO/IEC Guide 98-3:2008 Uncertainty of measurement - Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995),
  - ISO/IEC Guide 98-4:2012 Uncertainty of measurement - Part 4: Role of measurement uncertainty in conformity assessment
  - ISO/IEC CD Guide 98-5 Evaluation of measurement data - Part 5: Examples of uncertainty evaluation [hazırlanmaktadır]
  - R20.02 Deney/Analiz Sonuçlarındaki Ölçüm Belirsizliği Tahmini için TÜRKAK Prensipleri
- **Model yaklaşım için kaynaklar**
  - ISO/IEC Guide 98-3:2008 Uncertainty of measurement - Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)
  - EURACHEM / CITAC (2012), Quantifying uncertainty in analytical measurement, 3rd edition
  - EA 4/16 (2004), Guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing
  - EA 4/02 (1999), Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration
  - EUROLAB Technical Report No. 1/2006, Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Test Results
- **Tek laboratuvar geçerli kılma yaklaşımı için kaynaklar**
  - EURACHEM / CITAC (2000), Quantifying uncertainty in analytical measurement, 2nd edition
  - EA 4/16 (2004), Guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing



- NORDTEST Technical Report 537 (2003), Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories
- EUROLAB Technical Report No. 1/2006, Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Test Results
- TS 5822-6 ISO 5725-3 Ölçme metotlarının ve sonuçlarının doğruluğu (gerçeklik ve kesinlik) - Bölüm 3: Standard bir ölçme metodunun kesinliğinin ara ölçmeleri
- ISO/TS 21749 Measurement uncertainty for metrological applications – Repeated measurements and nested experiments
- **Laboratuvarlar Arası Geçerli Kılma Yaklaşımı için Kaynaklar**
  - ISO/TS 21748 Guide to the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation
  - EA 4/16 (2004), Guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing
  - NORDTEST Technical Report 537 (2003), Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories
  - TS 5822-6 ISO 5725-6 Ölçme metotlarının ve sonuçlarının doğruluğu (gerçeklik ve kesinlik)- Bölüm 6: Doğruluk değerlerinin pratikte kullanılması
- **Yeterlilik Testleri (YT) Sonuçları Yaklaşımı için Kaynaklar**
  - EA 4/16 (2004), Guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing
  - NORDTEST Technical Report 537 (2003), Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories
  - EUROLAB Technical Report No. 1/2006, Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Test Results
  - TS ISO 13528 Laboratuvarlararası karşılaştırma ile yeterlilik deneyinde kullanılan istatistiksel yöntemler
- **Horwitz Eşitliği Kullanılarak için Kaynaklar**
  - Horwitz W., Albert R. 2006. The Horwitz Ratio (HorRat): A Useful Index of Method Performance with Respect to Precision. Journal of AOAC, 89 (4):1095-1109.

## 6. REVİZYON TARİHÇESİ

Sayfa No	Revizyon Tarihi	Revizyon No	Revizyon Nedeni
Tümü	06.05.2019	00	İlk yayımlama
4	12.06.2019	01	İlk yayın sonrası genel gözden geçirme