



MOTORİN YETERLİLİK TESTİ RAPORU

**TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI**

Rapor No:KAR-G3RM-9900.2014.02

Koordinatör:Dr. Fatma AKÇADAĞ

**8 Aralık 2014
Gebze/KOCAELİ**

Bu yeterlilik testi çalışması “ISO/IEC 17043: 2010 Conformity Assessment - General Requirements for Proficiency Testing” standardına uygun olarak TÜBİTAK UME Referans Malzemeler Laboratuvarı tarafından düzenlenmektedir.

Yazışma adresi

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME)
Referans Malzemeler Laboratuvarı
P.K. 54 41470 Gebze KOCAELİ
T (262) 679 50 00 F (262) 679 50 01
www.ume.tubitak.gov.tr

Koordinatör

Dr. Fatma AKÇADAĞ
e-posta: ume.yeterliliktesti@tubitak.gov.tr

Teknik Komite

Fatma AKÇADAĞ, Burcu BİNİCİ, Murat TUNÇ, Alper İŞLEYEN, Ahmet Ceyhan GÖREN ve
Hatice ALTUNTAŞ

Referans Malzemeler Laboratuvarı Sorumlusu

Dr. Alper İŞLEYEN



İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ	4
2. ÇALIŞMANIN AMACI	5
3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI.....	5
4. KULLANILAN METOTLAR	5
5. SONUÇLARIN RAPORLANMASI.....	10
6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	10
7. KAYNAKLAR.....	21
8. EK-1 ROBUST İSTATİSTİK	22

TABLolar

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları metotlar	6
Tablo 2. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları cihazlar	8
Tablo 3. Motorinde kükürt, 250 °C ve 350 °C buharlaşma yüzdesi ve % 95 (v/v)'nin elde edildiği sıcaklık tayin sonuçları	12
Tablo 4. Motorinde parlama noktası, 15 °C'da yoğunluk, 40 °C'da viskozite ve soğuk filtre tıkanma noktası tayini sonuçları	13
Tablo 5. Motorinde su, setan indisi ve toplam kirlilik tayini sonuçları.....	14
Tablo 6. z-skoru dağılımları	18
Tablo 7. Sonuçların dağılımı.....	19

ŞEKİLLER

Şekil 1.Motorinde kükürt tayini z-skorları	15
Şekil 2.Motorinde 250 °C'da buharlaşma yüzdesi (% v/v) tayini z-skorları	15
Şekil 3.Motorinde 350 °C'da buharlaşma yüzdesi (% v/v) tayini z-skorları	15
Şekil 4.Motorinde % 95 (v/v)'nin elde edildiği sıcaklık tayini z-skorları	15
Şekil 5.Motorinde parlama noktası tayini z-skorları.....	16
Şekil 6.Motorinde 15 °C'da yoğunluk tayini z-skorları	16
Şekil 7.Motorinde 40 °C'da viskozite tayini z-skorları	16
Şekil 8. Motorinde soğuk filtre tıkanma noktası tayini z-skorları	16
Şekil 9.Motorinde su tayini z-skorları	17
Şekil 10.Motorinde setan indisi tayini z-skorları	17
Şekil 11.Motorinde toplam kirlilik tayini z-skorları.....	17

1. GİRİŞ

Günlük hayatımızın vazgeçilmez parçası olan ve kişileri doğrudan veya dolaylı yoldan etkileyen ölçümlerin doğru ve güvenilir yapılması ticaretle, bilimsel araştırmalarda, sağlıkta, sanayide ve standardizasyonda oldukça önemlidir.

Bir laboratuvarın yaptığı test ve ölçümlerin güvenilirliği, yaptığı ölçümlerin kalitesi ile belirlenir. Ölçüm kalitesi ise ölçüm sonuçlarının gerçekliği ve tekrarlanabilirliği ile doğru orantılıdır. Laboratuvarlar arası karşılaştırmalar (LAK) ve yeterlilik testleri (YT), kalibrasyon/deney laboratuvarlarının teknik yeterliliklerini değerlendirmekte önemli bir araçtır[4]. Bu husus, TS EN ISO/IEC 17025:2005 standardı ve TÜRKAK dokümanlarında da belirtilmektedir. Akredite laboratuvarların veya akreditasyon için başvuran laboratuvarların, akreditasyon kapsamındaki ölçüm büyüklükleri ile ilgili LAK ve/veya YT programına katılmaları ve başarılı sonuçlar elde etmiş olmaları TÜRKAK tarafından aranan bir gerekliliktir. Bu ihtiyaç dikkate alınarak, TÜBİTAK UME Kimya Grubu Laboratuvarları tarafından, 2000 yılından beri yeterlilik testleri düzenlenmektedir. Düzenlenen bu yeterlilik testi çalışmalarının sonuçlarının laboratuvarların performanslarını değerlendirme ve geliştirme yönünde katkı sağlanması amaçlanmaktadır. Akaryakıtlarla ilgili yeterlilik testlerinin düzenlenmesine ilk kez bu yıl başlanmış olup yılda en az bir veya iki kez tekrar edilecektir.

Bu dönem ilk kez düzenlenen motorin yeterlilik testi çalışmasında, çalışmaya katılmayı bildiren 14 laboratuvara örnekler 8 Ekim 2014 tarihinde kargo ile gönderilmiş ve laboratuvarlardan analiz sonuçlarını 31 Ekim 2014 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

2. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada motorinde kükürt, buharlaşma yüzdesi @ 250 °C, buharlaşma yüzdesi @ 350 °C, % 95 (v/v) distilenin elde edildiği sıcaklık, parlama noktası, yoğunluk @ 15 °C, vizkozite @ 40 °C, soğuk filtretikanma noktası, su, setan indisi ve toplam kirlilik tayini yapan laboratuvarların performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır.

3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışmanın amacı, organizatörler, çalışmaya katılım koşulları, test örneği hakkında bilgi, çalışma programı, tayin edilecek parametreler, kullanılacak metotlar, sonuçların raporlanması ve çalışmanın gizliliği ile ilgili esasları içeren çalışma protokolü <http://www.ume.tubitak.gov.tr/tr/lak/kimya-grubu-laboratuvarlari-yeterlilik-testi-listesi> adresinde yayınlanmıştır. Katılımcı laboratuvarlardan, çalışmalarını bu protokole uygun olarak yürütmeleri istenmiştir. Protokol katılımcılara ayrıca e-posta ile de gönderilmiştir.

Bu çalışmada, test örneği olarak piyasadan temin motorin kullanılmıştır. Motorin şişelere doldurulmadan önce karıştırılarak homojen hale getirilmiştir. Tüm örnekler, önceden temizlenmiş 1 L alüminyum şişelerde paketlenir. Motorinde toplam kirlilik testi için kullanılan motorin 0,7 µm cam elyaf filtre kullanılarak süzülür. Süzölmüş motorin karıştırılarak homojen hale getirilir. Daha sonra her bir katılımcı için 1 L'lik alüminyum şişelere aynı miktarda motorin tartılır. Herbir şişeye aynı miktarda kuvars-motorin karışımı (taze homojenize edilmiş, (1-45) µm aralığında tanecik boyutu dağılımına sahip kuvars içeren) tartılarak eklenir. Tüm örnekler aynı miktarda motorin ve kuvars içermekte olup çalışma aralığı (1-30) mg/kg'dır. Çalışma öncesinde şişelerin çok iyi çalkalanması gerekmektedir. Motorin testleri için 2 adet toplam kirlilik testi için bir adet olmak üzere 3 şişe çalışmaya katılmayı bildiren 14 laboratuvara örnekler 8 Ekim 2014 tarihinde tarihinde kargo ile gönderilmiştir. Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilmiştir. Laboratuvarların test örneğini analiz ederek 31 Ekim 2014 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

4. KULLANILAN METOTLAR

Laboratuvarların test metodu olarak laboratuvarlarında rutin analizlerde uyguladıkları metotları kullanarak test örneğini analiz etmeleri istenmiştir. Analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilmektedir. Bu çalışmaya katılan laboratuvarların analizlerde kullandıklarını bildirdikleri metotlar Tablo 1'de cihazlar ise Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları metotlar

Lab. No	Kükürt	Buharlaştırma Yüzdesi @ 250 °C	Buharlaştırma Yüzdesi @ 350 °C	% 95 (v/v)'in Bde Edildiği Sıcaklık	Parlama Noktası
01	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
02	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
03	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
04	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
05	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
06	TS EN ISO 20846	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
07	TS EN ISO 20846	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
08	TS EN ISO 20846	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
09	TS EN ISO 20846	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
10	TS EN ISO 20846	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
11	-	-	-	-	-
12	TS EN ISO 20884	TS EN 3405	TS EN 3405	TS EN 3405	TS EN ISO 2719
13	-	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719
14	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 2719

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları metotlar (devamı)

Lab. No	Yoğunluk @ 15 °C	Viskozite @ 40 °C	Soğuk Filtre Tıkanma Noktası	Su	Setan İndisi	Toplam Kirlilik
01	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3104	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	TS EN 12662
02	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3104	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	-
03	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3104	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	-
04	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3104	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	-
05	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3104	T SEN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	-
06	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3104	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	TS EN 12662
07	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3104	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	TS EN 12662
08	TSE EN ISO 12185	ASTMD 445-446	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	TS EN 12662
09	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3104	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	TS EN 12662
10	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3104	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	TS EN 12662
11	-	-	-	-	-	-
12	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN 3104	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	-
13	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3401/T1	TE EN 116/AC	TS 6147 EN ISO 12937	TS 2883 EN ISO 4264	-
14	TS EN ISO 12185	TS 1451 EN ISO 3104	TS EN 116	TS 6147 EN ISO 12937	TS EN ISO 4264	-

Tablo 2. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları cihazlar

Lab. No	Kükürt	Buharlaşma Yüzdesi @ 250 °C	Buharlaşma Yüzdesi @ 350 °C	% 95 (v/v)'in Elde Edildiği Sıcaklık	Parlama Noktası
01	PANalytical VENUS 200	PAC OptiDist	PAC OptiDist	PAC OptiDist	ISL FP935G
02	PANalytical	OptiDist	OptiDist	OptiDist	HERZOG
03	PANalytical X-RAY	PAC OptiDist	PAC OptiDist	PAC OptiDist	HERZOG
04	VENUS	HERZOG	HERZOG	HERZOG	HERZOG
05	PANalytical Venus 200	HERZOG HP 626	HP 626 HERZOG	HP 626 HERZOG	HERZOG 329
06	ANTEK	PAC	PAC	PAC	HERZOG
07	-	-	-	-	-
08	OTOMATİK	OTOMATİK	OTOMATİK	OTOMATİK	OTOMATİK
09	ANTEK 9000 VS	PAC OptiDist	PAC OptiDist	PAC OptiDist	HERZOG
10	UV VISIBLE	OTOMATİK DESTİLAYON CİHAZI	OTOMATİK DESTİLAYON CİHAZI	OTOMATİK DESTİLAYON CİHAZI	KAPALI KAP PARLAMA NOKTASI CİHAZI
11	-	-	-	-	-
12	PANalytical VENUS 200 X RAY	PAC OptiDist	PAC OptiDist	PAC OptiDist	HERZOG HFP 339
13	-	TANAKA AD-6-1	TANAKA AD-6-1	TANAKA AD-6-1	STANOPE SETA 34000
14	PANalytical VENUS	TANAKA	TANAKA	TANAKA	NORMALAB

Tablo 2. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları cihazlar (devamı)

Lab. No	Yoğunluk @ 15 °C	Viskozite @ 40 °C	Soğuk Filtre Tıkanma Noktası	Su	Setan İndisi	Toplam Kirlilik
01	Anton Paar DMA 4500	Herzog HVM 472	NORMLAB ANALİZ NTL 450	KEM MKC-501	Hesapla	Millipore WP6122050
02	ANTON PAAR	HERZOG	NORMLAB	METTLER TOLEDO	HESAPLA	-
03	KYOTO	HERZOG	ISL	MTSUBISHI	HESAP YÖNTEMİ	-
04	KEM	HERZOG	ISL	KEM	HESAP	-
05	KYOTO DA 505	HERZOG HVM 472	NORMLAB	KYOTO MKC 501	HESAPLA	-
06	ANTON PAAR	HERZOG	ISL	METROHM	-	-
07	-	-	-	-	-	-
08	OTOMATİK	OTOMATİK	OTOMATİK	OTOMATİK	HESAPLAMA	MANUEL
09	ANTON PAAR	HERZOG	ISL	METTLER TOLEDO	HESAPLA	HESAPLA
10	OTOMATİK YOĞUNLUK CİHAZI	OTOMATİK VİSKOZİTE CİHAZI	CFPP CİHAZI	KARL FISCHER SU TAYİN CİHAZI	HESAPLAMA	TOPLAM KİRLİLİK CİHAZI
11	-	-	-	-	-	-
12	KYOTO DA 505	HERZOG VİSKOZİTE	ISL FPP 5GS	KYOTO MKC 520	HESAPLA	-
13	KYOTO DA 505	HERZOG HVM 472	NORMLAB NTL 450	KEM MKC 501	HESAPLAMA	-
14	KYOTO	HERZOG	NORMLAB	KYOTO	HESAPLA	-

5. SONUÇLARIN RAPORLANMASI

Katılımcı laboratuvarlardan ölçüm sonuçlarının ortalamasını, belirsizlik hesaplamasının yapılması durumunda belirsizlik değerlerini, yapılmadığı durumda standart sapma değerlerini, analizlerde kullandıkları cihaz ve metodu kendilerine verilen kullanıcı adı ve şifresini kullanarak <http://www.ume.tubitak.gov.tr/tr/lak/kimya-grubu-laboratuvarlari-yeterlilik-testi-listesi> adresinde bulunan “VERİ GİRİŞİ” bölümüne girmeleri istenmiştir.

6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada, numune hazırlanması çalışmaları TÜBİTAK UME Referans Malzemeler Laboratuvarı tarafından yapılmıştır. Bu çalışmada referans değerler, katılımcı laboratuvar sonuçlarının ortancası (median) alınarak, kükürt ve toplam kirlilik testinde ise laboratuvarların sonuçlarının ortalaması alınarak belirlenmiştir.

Laboratuvarlar arası çalışmalarda sonuçların değerlendirilmesinde önemli etkenlerden bir tanesi de yeterlilik testi sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılan standart sapma değeridir. Bu değer çalışmanın amacına uygun olarak belirlenmesi gerekir. Bu çalışmada, standart sapma değerleri aykırı değerler atıldıktan (Grubbs’ Test) tekrar gerçekleştirilebilir standart sapma değerinin 2,8 katı alınarak belirlenmiştir. Aykırı değerler parlama noktası, soğuk filtre tıkanma noktası ve su tayini çalışmalarında tespit edilmiş olup Tablo 3 ve Tablo 4’te kırmızı renkte verilmiştir. Su ve toplam kirlilikte standart sapma değerleri ise referans değerinin % 10’u alınarak belirlenmiştir.

Katılımcı laboratuvarların z-skoru değerleri eşitlik (1) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$z = \frac{x - X}{\sigma} \quad (1)$$

Burada,

X : referans değer

x : katılımcı laboratuvar sonucu

σ : Yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma

$|z| \leq 2,0$ ise uygundur.

$2,0 < |z| < 3,0$ ise kabul edilebilir, ancak problemin irdelenmesi gerekir.

$|z| \geq 3,0$ ise kabul edilemez, düzeltici faaliyet uygulanmalıdır.

Laboratuvar sonuçları Tablo 3 ve Tablo 5'te, z-skorlarının grafiksel değişimleri ise Şekil 1-10'da verilmiştir. Tablo 6'te z-skoru dağılımları, Tablo 7'te ise sonuçların dağılımları verilmiştir.

Bu çalışmaya katılan bir laboratuvar sonuç bildirmemiştir.

< veya > şeklinde raporlanan sonuçlar için değerlendirme yapılmamıştır. Sonuç raporunda bu sonuçlar sadece katılımcının sonuçları raporlandığı şekilde verilmiştir. Sonucu bu şekilde raporlayan katılımcılar için z-skoru değerleri hesaplanamamıştır.

Tablo 3. Motorinde kükürt, 250 °C ve 350 °C buharlaşma yüzdesi ve % 95 (v/v)'nin elde edildiği sıcaklık tayin sonuçları

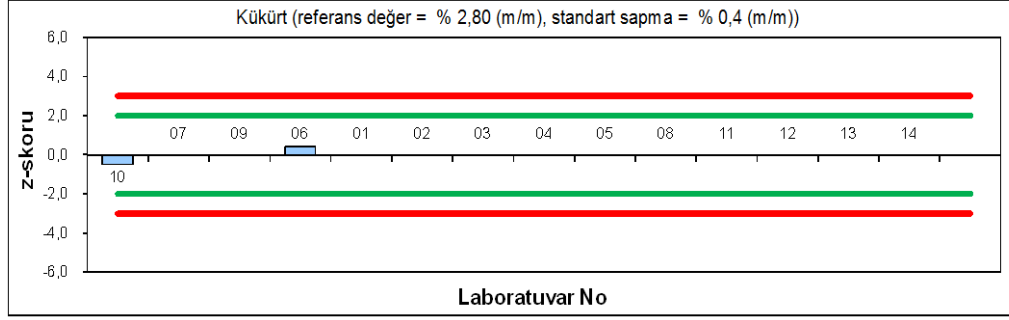
Lab. No	Kükürt mg/kg			Buharlaşma Yüzdesi @ 250 °C % (v/v)			Buharlaşma Yüzdesi @ 350 °C % (v/v)			% 95 (v/v)'in Elde Edildiği Sıcaklık °C		
	Referans değer = 2,8			Referans değer = 26,7			Referans değer = 93,9			Referans değer = 354,2		
	Standart sapma = 0,4			Standart sapma = 1,6			Standart sapma = 0,8			Standart sapma = 2,7		
	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z
01	<5,0	-	-	26,4	-	-0,2	94,2	-	0,4	353,3	-	-0,3
02	<5,0	-	-	26,7	0,5	0,0	94,1	1,2	0,2	353,7	4,5	-0,2
03	< 5,0	-	-	27,6	0,4	0,6	93,8	0,5	-0,1	354,7	0,8	0,2
04	<5	-	-	26,0	0,2	-0,4	93,7	0,1	-0,3	354,4	0,4	0,1
05	<5	-	-	27,0	-	0,2	93,8	-	-0,1	354,2	-	0,0
06	2,97	0,3	0,4	26,4	1,93	-0,2	93,4	1,055	-0,6	356,1	3,45	0,7
07	2,8	-	0,0	26,6	-	-0,1	93,8	-	-0,1	355,0	-	0,3
08	<3	-	-	26,9	-	0,1	94,2	-	0,4	352,9	-	-0,5
09	2,8	-	0,0	25,9	-	-0,5	93,5	-	-0,5	354,7	-	0,2
10	2,6	0,2	-0,5	27,2	0,5	0,3	93,9	0,6	0,0	354,4	2,5	0,1
11	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
12	<5,0	-	-	26,4	0,48	-0,2	94,1	0,57	0,2	353,4	1,77	-0,3
13	-	-	-	26,8	-	0,1	94,1	-	0,2	352,4	-	-0,7
14	<5,0	-	-	27,9	-	0,8	94,4	-	0,6	353,8	-	-0,1

Tablo 4. Motorinde parlama noktası, 15 °C'da yoğunluk, 40 °C'da viskozite ve soğuk filtre tıkanma noktası tayini sonuçları

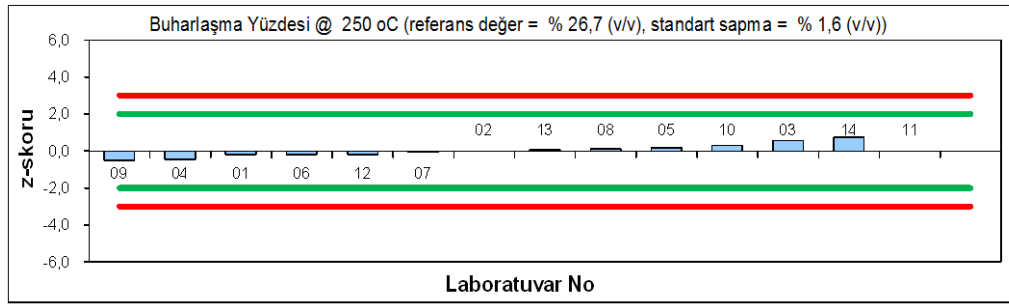
Lab. No	Parlama Noktası °C			Yoğunluk @ 15 °C kg/m ³			Viskozite @ 40 °C mm ² /s			Soğuk Filtre Tıkanma Noktası °C		
	Referans değer = 59,0			Referans değer = 840,4			Referans değer = 3,122			Referans değer = -7		
	Standart sapma = 1,4			Standart sapma = 0,2			Standart sapma = 0,007			Standart sapma = -1		
	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z
01	58,0	-	-0,7	840,5	-	0,5	3,122	-	0,0	-6	-	-1,0
02	59,0	1,0	0,0	840,4	0,03	0,0	3,122	0,375	0,0	-7	0,3	0,0
03	59,0	0,9	0,0	840,4	0,3	0,0	3,125	0,013	0,4	-6	0,16	-1,0
04	59,0	0,5	0,0	840,4	0,1	0,0	3,121	0,009	-0,1	-7	0,2	0,0
05	59,0	-	0,0	840,4	-	0,0	3,1191	-	-0,4	-6	-	-1,0
06	59	2,13	0,0	840,5	0,18	0,5	3,122	0,013	0,0	-7	0,91	0,0
07	59	-	0,0	840,5	-	0,5	3,1270	-	0,7	-6	-	-1,0
08	61	-	1,4	840,4	-	0,0	3,1279	-	0,8	-7	-	0,0
09	59,5	-	0,4	840,5	-	0,5	3,125	-	0,4	-7	-	0,0
10	58,5	2,9	-0,4	840,39	0,8	0,0	3,122	0,053	0,0	-8	0,8	1,0
11	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
12	59	0,71	0,0	840,53	0,08	0,6	3,122	0,02	0,0	-6	0,17	-1,0
13	60,0	-	0,7	840,4	-	0,0	3,121	-	-0,1	-7	-	0,0
14	59,5	-	0,4	840,4	-	0,0	3,12	-	-0,3	-6	-	-1,0

Tablo 5. Motorinde su, setan indisi ve toplam kirlilik tayini sonuçları

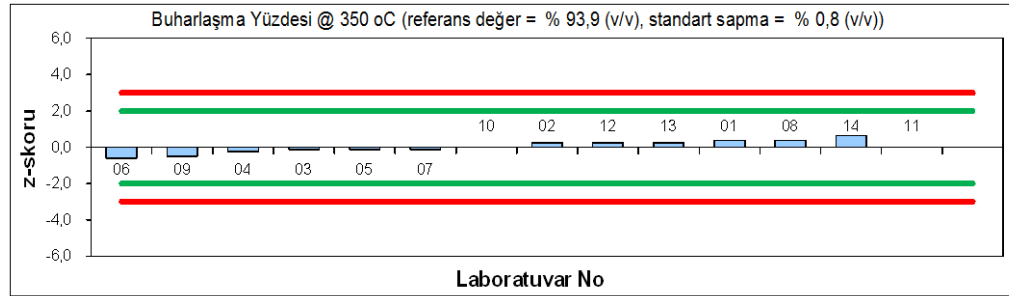
Lab. No	Su mg/kg			Setan İndisi			Toplam Kirlilik mg/kg		
	Referans değer = 48,0			Referans değer = 52,8			Referans değer = 14,6		
	Standart sapma = 4,8			Standart sapma = 0,7			Standart sapma = 1,5		
	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z
01	50	-	0,4	52,8	-	0,0	<12	-	-
02	48	5	0,0	52,9	0,3	0,1	-	-	-
03	46	6	-0,4	52,4	0,6	-0,6	-	-	-
04	48	2,4	0,0	52,8	0,3	0,0	-	-	-
05	47	-	-0,2	52,5	-	-0,4	-	-	-
06	49	8,3	0,2	53,2	2,05	0,6	12,5	2,98	-1,4
07	44	-	-0,8	52,8	-	0,0	15,5	-	0,6
08	41	-	-1,5	52,8	-	0,0	15,1	-	0,3
09	44	-	-0,8	53,1	-	0,4	15,8	-	0,8
10	35,334	5,795	-2,6	52,64	0,3	-0,2	14,2	6,3	-0,3
11	-	-	-	-	-	-	-	-	-
12	50,5	4,9	0,5	52,6	0,34	-0,3	-	-	-
13	52	-	0,8	52,4	-	-0,6	-	-	-
14	54	-	1,3	52,9	-	0,1	-	-	-



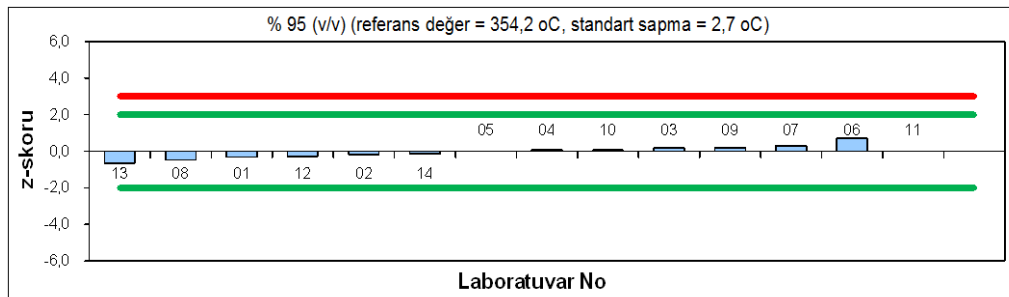
Şekil 1.Motorinde kükürt tayini z-skorları



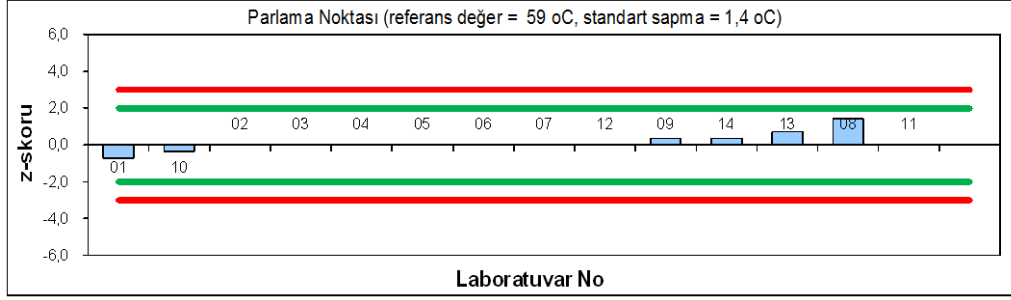
Şekil 2.Motorinde 250 °C'da buharlaştırma yüzdesi (% v/v) tayini z-skorları



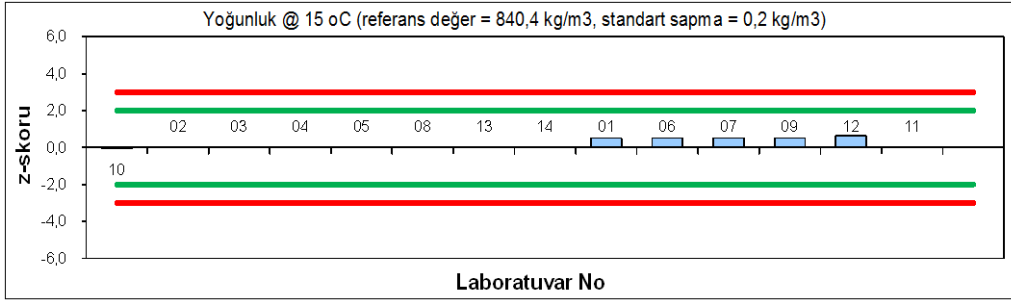
Şekil 3.Motorinde 350 °C'da buharlaştırma yüzdesi (% v/v) tayini z-skorları



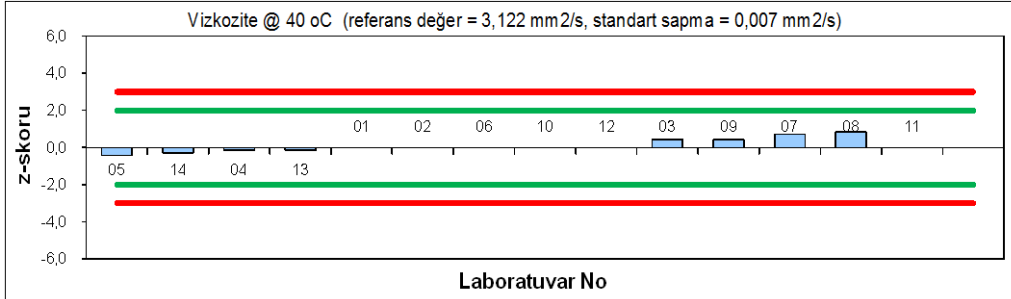
Şekil 4.Motorinde % 95 (v/v)'nin elde edildiği sıcaklık tayini z-skorları



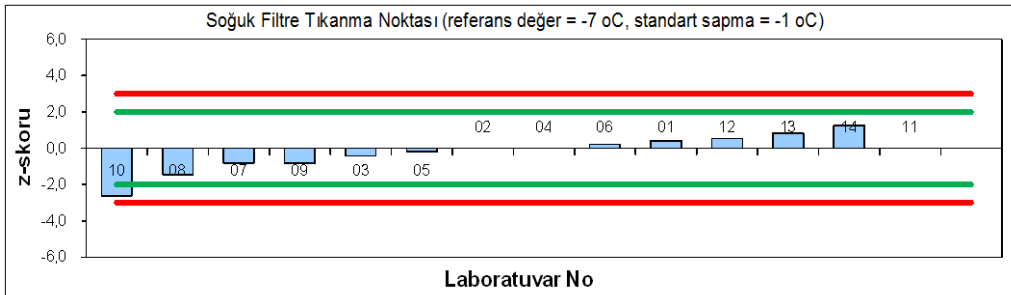
Şekil 5.Motorinde parlama noktası tayini z-skorum



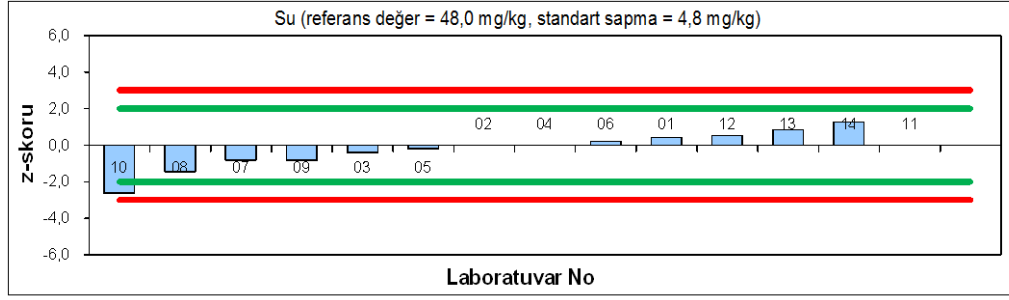
Şekil 6.Motorinde 15 °C'da yoğunluk tayini z-skorum



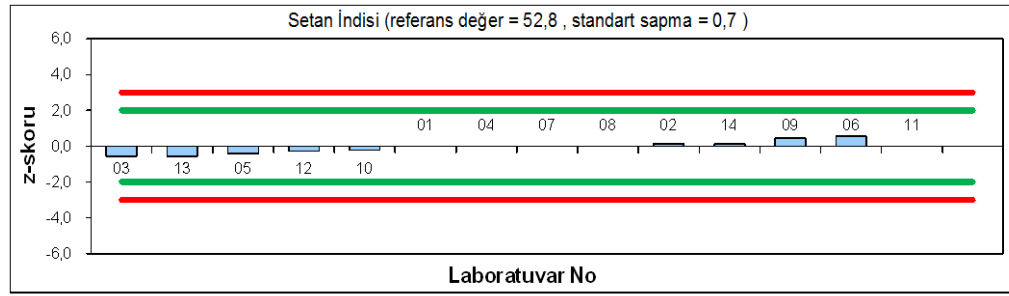
Şekil 7.Motorinde 40 °C'da viskozite tayini z-skorum



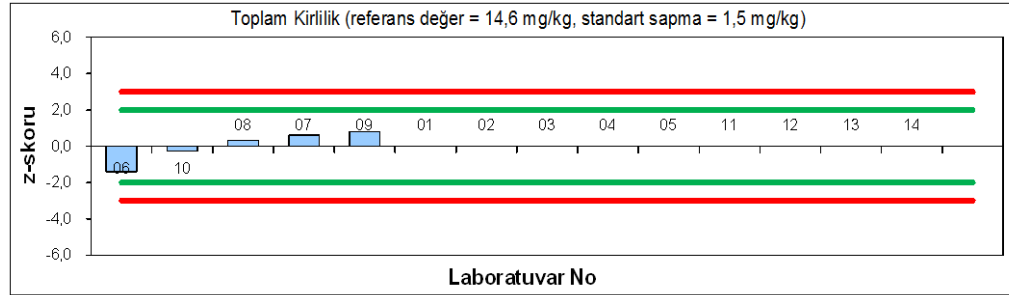
Şekil 8. Motorinde soğuk filtre tıkanma noktası tayini z-skorum



Şekil 9.Motorinde su tayini z-skorları



Şekil 10.Motorinde setan indisi tayini z-skorları



Şekil 11.Motorinde toplam kirlilik tayini z-skorları

Tablo 6. z-skoru dağılımları

Parametre	Birim	$ z \leq 2,0$		$2,0 < z < 3,0$		$ z \geq 3,0$		Toplam Laboratuvar Sayısı
		Laboratuvar Sayısı	%	Laboratuvar Sayısı	%	Laboratuvar Sayısı	%	
Kükürt	mg/kg	4	100	-	-	-	-	13
Buharlaşıma Yüzdesi @ 250 °C	(% v/v)	13	100	-	-	-	-	5
Buharlaşıma Yüzdesi @ 350 °C	(% v/v)	12	92	-	-	-	-	5
% 95 (v/v)'in Elde Edildiği Sıcaklık	°C	13	100	-	-	-	-	5
Parlama Noktası	°C	13	100	-	-	-	-	13
Yoğunluk @ 15 °C	kg/m3	13	100	-	-	-	-	13
Viskozite @ 40 °C	mm2/s	13	100	-	-	-	-	13
Soğuk Filtre Tıkanma Noktası	°C	13	100	-	-	-	-	13
Su	mg/kg	12	92	1	8	-	-	13
Setan İndisi		13	100	-	-	-	-	13
Toplam Kirlilik	mg/kg	5	100	-	-	-	-	13

Tablo 7. Sonuçların dağılımı

	Kükürt mg/kg	Buharlaşma Yüzdesi @ 250 °C (% v/v)	Buharlaşma Yüzdesi @ 350 °C (% v/v)	% 95 (v/v)'in Elde Edildiği Sıcaklık °C	Parlama Noktası °C	Yoğunluk @ 15 °C kg/m3
Laboratuvar sayısı (n)	4	13	13	13	13	13
Ortanca	2,8	26,75	93,9	354,1	59,2	840,4
Ortalama değer	2,8	26,70	93,9	354,2	59,0	840,4
Referans değer	2,8	26,70	93,9	354,2	59,0	840,4
Standart sapma	0,4	1,60	0,8	2,7	1,4	0,2
Maksimum değer	2,97	27,90	94,4	356,1	61,0	840,5
Minimum değer	2,60	25,90	93,4	352,4	58,0	840,4
Dağılım aralığı (Maks-Min)	0,37	2,00	1,0	3,7	3,0	0,1

Tablo 7.Sonuçların dağılımı (devamı)

	Viskozite @ 40 °C mm ² /s	Soğuk Filtre Tıkanma Noktası °C	Su mg/kg	Setan İndisi .	Toplam Kirlilik mg/kg
Laboratuvar sayısı (n)	13	13	13	13	5
Ortanca	3,123	-7	46,8	52,8	14,6
Ortalama değer	3,122	-7	48,0	52,8	10,3
Referans değer	3,122	-7	48,0	52,8	14,6
Standart sapma	0,007	-1	4,8	0,7	1,5
Maksimum değer	3,128	-6	54	53,2	15,8
Minimum değer	3,119	-8	35,334	52,4	12,5
Dağılım aralığı (Maks-Min)	0,0	2	19	0,8	3,3

7. KAYNAKLAR

1. ISO/IEC 17043: 2010, Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing
2. ISO 13528: 2005, Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons
3. ISO/IEC 17025: 2005, General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories
4. Farrant, T., Practical Statistics for the Analytical Scientist, RSC, 1997
5. Lawn, R.E., Thompson, M. and Walker F, R., Proficiency Testing in Analytical Chemistry, RSC, 1997
6. Thompson, M., Ellison, S.R. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, Pure & Appl. Chem., Vol. 78, No. 1, p. 145-196, 2006
7. ISO 5725-6: 2001, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results Use in practice of accuracy values
8. Petrol Yeterlik Testi Çalışması Protokolü, Nisan 2014

8. EK-1 ROBUST İSTATİSTİK

Robust istatistik ile veri setinde outlier yapmadan tüm verileri dikkate alarak değerlendirme yapılır. Bu durumda ortalama değer olarak median kullanılır.

Robust Ortalama (median)

Konsensus değer tüm katılımcıların sonuçlarının robust ortalaması (median) alınarak hesaplanabilir. Robust ortalama basit olarak median olarak tanımlanır.

Tüm sonuçlar ($x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$) en küçükten en büyüğe doğru sıra dizilir. Sıraya dizilen sonuçlarda sonuç sayısı tek ise en ortadaki değer, eğer sonuç sayısı çift ise ortadaki iki değer ortalaması alınarak hesaplanan değer median'dır.

Simetrik bir dağılımda median ve ortalama değer birbirinin aynıdır. Median çok farklı değerlerden etkilenmez.

$$X = \begin{cases} X_m & n \text{ tek sayı ise } 1, 3, 5 \\ \frac{X_m + X_{m+1}}{2} & n \text{ çift sayı ise } 2, 4, 6 \end{cases}$$

Örnek

Sonuç (g)	5,6	5,4	5,5	5,4	5,6	5,3	5,2
Küçükten büyüğe sıralanmış değerler							
Sonuç (g)	5,2	5,3	5,4	5,4	5,5	5,6	5,6

Median = 5,4