



BENZİN
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, 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.....	20
8. EK-1 ROBUST İSTATİSTİK	21

TABLolar

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları metotlar	6
Tablo 2. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları cihazlar	8
Tablo 3. Kükürt homojenlik çalışması sonuçları	11
Tablo 4. Benzinde kükürt, 70 °C, 100 °C ve 150 °C'ta buharlaşma yüzdesi tayini sonuçları.....	12
Tablo 5. Benzinde görünüş, 15 °C'da yoğunluk, buhar basıncı ve buhar kilitlenme indisi tayini sonuçları	13
Tablo 6. Benzinde benzen, oksijen, damıtma kalıntısı oranı bakır şerit korozyonu ve son kaynama noktası tayini sonuçları.....	14
Tablo 7. z-skoru dağılımları	17
Tablo 8. Sonuçların dağılımı.....	18

ŞEKİLLER

Şekil 1. Benzinde kükürt tayini z-skorumları	15
Şekil 2. Benzinde 70 °C'da buharlaşma yüzdesi (% v/v) tayini z-skorumları	15
Şekil 3. Benzinde 100 °C'da buharlaşma yüzdesi (% v/v) tayini z-skorumları	15
Şekil 4. Benzinde 150 °C'da buharlaşma yüzdesi (% v/v) tayini z-skorumları	15
Şekil 5. Benzinde 15 °C'da yoğunluk tayini z-skorumları	16
Şekil 6. Benzinde buhar basıncı tayini z-skorumları.....	16
Şekil 7. Benzinde buhar kilitlenme indisi tayini z-skorumları	16
Şekil 8. Benzinde son kaynama noktası z-skorumları	16

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 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, çalışma bu yıl düzenlenen ikinci çalışmadır.

Bu dönem benzin yeterlilik testi çalışmasına 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 benzinde kükürt ,buharlaşıma yüzdesi @ 70 °C (E70), buharlaşma yüzdesi @ 100 °C (E100), buharlaşma yüzdesi @ 150 °C (E150), görünüş, yoğunluk @ 15 ° C, buhar basıncı (DVPE), buhar kilitleme indisi (VLI), benzen miktarı, oksijen içeriği, damıtma kalıntısı oranı, bakır Şerit korozyonu, 3 saat, 50 °C ve son kaynama noktası (FBP), , tayini yapan laboratuvarların performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlaması amaçlanmıştır.

3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI

Bu çalışmada test örneği olarak, piyasadan temin edilen benzin kullanılmıştır. Benzin şişelere doldurulmadan önce kükürt eklenmiş, karışım karıştırılarak homojen hale getirilmiştir. Homojen hale getirilen benzin önceden temizlenmiş 1 L alüminyum şişelerde paketlenmiştir. Benzin testleri için iki adet, benzin buhar basıncı için bir adet olmak üzere 3 şişe çalışmaya katılmayı bildiren **14** laboratuvara örnekler **8 Ekim 2014** 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.

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.

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 3’te verilmiştir.

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları metotlar

Lab. No	Kükürt	Buharlaşıma Yüzdesi @ 70 °C	Buharlaşıma Yüzdesi @ 100 °C	Buharlaşıma Yüzdesi @ 150 °C	Görünüş	Yoğunluk @ 15 °C
01	TS EN ISO 20846	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	-	TS EN ISO 12185
02	TS EN ISO 20846	TS EN ISI 3405	TS EN ISI 3405	TS EN ISI 3405	İÇ METOT	TS EN ISO 12185
03	TS EN ISO 20846	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	-	TS EN ISO 12185
04	TS EN ISO 20846	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	İŞLETME İÇİ METOT	TSE EN ISO 12185
05	TS EN ISO 20846	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	İÇ METOT	TS EN ISO 12185
06	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	AKR-AY-DT-42	TS EN ISO 12185
07	-	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	İÇ METOT	TS EN ISO 12185
08	-	-	-	-	-	-
09	TS EN ISO 20884	TS EN 3405	TS EN 3405	TS EN 3405	-	TS EN ISO 12185
10	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	İç Metot AKR-AY-DT-42	TS EN ISO 12185
11	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	İÇ METOT	TS EN ISO 12185
12	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	İÇ METOT	TS EN ISO 12185
13	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	İç Metot AKR-AY-DT-42	TS EN ISO 12185
14	TS EN ISO 20884	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	TS EN ISO 3405	İç Metot - AKR-AY-DT-42	TS EN ISO 12185

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları metotlar (devamı)

Lab. No	Buhar Basıncı	Buhar Kilitlenme İndisi	Benzen	Oksijen	Damıtma Kalıntısı Oranı	Bakır Şerit korozyonu, 3 saat, 50 °C	FBP
01	TS EN13016-1	TS EN 228	TS EN ISO22854	TS EN 13132	TS EN ISO 3405	TS 2741 EN ISO 2160	TS EN ISO 3405
02	TS EN 13016-1	TS EN 228	TS EN ISO 22854	TS EN ISO 22854	TS EN ISI 3405	TS 2741 EN ISO 2160	
03	TS EN 13016-1	-	-	-	TS EN ISO 3405	-	TS EN ISO 3405
04	TS EN 13016-1	-	-	-	TS EN ISO 3405	-	TS EN ISO 3405
05	TS EN 13016-1	-	-	-	TS EN ISO 3405	-	TS EN ISO 3405
06	TS EN 13016-1	TS EN 228	-	-	TS EN ISO 3405	-	TS EN ISO 3405
07	TS EN ISO 13016-1	TS EN 228	-	-	-	-	TS EN ISO 3405
08	-	-	-	-	-	-	-
09	TS EN 13016-1	TS EN 228	-	ASTM D 4815	TS EN 3405	-	TS EN 3405
10	TS EN 13016-1	TS EN 228	-	-	TS EN ISO 3405	-	
11	TS EN 13016-1	TS EN 228	-	ASTM D4815	TS EN ISO 3405	-	TS EN ISO 3405
12	TS EN 13016-1	TS EN 228	-	-	TS EN ISO 3405	-	TS EN ISO 3405
13	TS EN 13016-1	TS EN 228	-	-	TS EN ISO 3405	-	TS EN ISO 3405
14	TS EN 13016-1	TS EN 228	-	-	TS EN ISO 3405	TS 2741 EN ISO 2160	TS EN ISO 3405

Tablo 2. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları cihazlar

Lab. No	Kükürt	Buharlaştırma Yüzdesi @ 70 °C	Buharlaştırma Yüzdesi @ 100 °C	Buharlaştırma Yüzdesi @ 150 °C	Görünüş	Yoğunluk @ 15 °C
01	UV-VISIBLE	TANAKA DESTİLAYON CİHAZI	TANAKA OTOMATİK DESTİLAYON CİHAZI	TANAKA OTOMATİK DESTİLAYON CİHAZI	-	KEM OTOMATİK YOĞUNLUK TAYİN CİHAZI
02	ANTEK	PAC	PAC	PAC	-	ANTON PAAR
03	-	-	-	-	-	-
04	OTOMATİK	OTOMATİK	OTOMATİK	OTOMATİK	GÖZLE TAYİN	OTOMATİK
05	ANTEK 9000 VS	PAC OptiDist	PAC OptiDist	PAC OptiDist	GÖZLE	ANTON PAAR
06	PANalytical VENUS	TANAKA	TANAKA	TANAKA	GÖRSEL	KYOTO
07	-	TANAKA AD-6-1	TANAKA AD-6-1	TANAKA AD-6-1	-	KYOTO DA 505
08	-	-	-	-	-	-
09	PANalytical VENUS 200 X RAY	PAC OptiDist	PAC OptiDist	PAC OptiDist	-	KYOTO DA 505
10	VENUS PANalytical	HERZOG MP 626	HERZOG MP 626	HERZOG MP 626	GÖZLE	Kyoto DA 505
11	VENUS	HERZOG	HERZOG	HERZOG	-	KEM
12	PANalytical X-RAY	PAC OptiDist	PAC OptiDist	PAC OptiDist	-	KYOTO
13	PANalytical	HERZOG	HERZOG	HERZOG	GÖZLE KONTROL	KYOTO
14	PANalytical VENUS 200	PAC OptiDist	PAC OptiDist	PAC OptiDist	GÖZLE	Anton Paar DMA 4500
UME	ICP-MS	-	-	-	-	-

Tablo 2. Katılımcı laboratuvarların kullandıkları cihazlar (devamı)

Lab. No	Buhar Basıncı	Buhar Kilitlenme İndisi	Benzen	Oksijen	Damıtma Kalıntısı Oranı	Bakır Şerit korozyonu, 3 saat, 50 oC	FBP
01	REID BUHAR BASINCI CİHAZI	HESAPLAMA	GC-FID	GC-FID	TANAKA OTOMATİK DESTİLASYON CİHAZI	PETROTEST BAKIR ŞERİT KOROZYON CİHAZI	Otomatik Dest. Cihazı
02	STANHOPE SETA	HESAPLA	AC	AC	PAC	PETROTEST	
03	-	-	-	-	-	-	Optidist
04	OTOMATİK	-	-	-	OTOMATİK	-	OTOMATİK
05	HERZOG	-	-	-	PAC OptiDist	-	PAC OptiDist
06	SETAVAP	HESAPLA	-	-	TANAKA	-	TANAKA
07	STANHOPE SETA RVP	HESAPLAMA	-	-	-	-	TANAKA AD-6
08	-	-	-	-	-	-	-
09	STANHOPE SETA	HESAPLA	-	VARIAN GC	PAC OptiDist	-	PAC OptiDist
10	SETAVAP ANALYZER	HESAPLA	-	-	TANAKA AD 6	-	
11	SETAVAP ANALYZER	HESAPLA	-	VARIAN	HERZOG	-	HERZOG
12	SETAN HOPE - SETA	HESAP	-	-	PAC OptiDist	-	PAC OptiDist
13	SETA	HESAPLA	-	-	HERZOG	-	HERZOG
14	STANHOPE-SETA SETAVAP ANALYZER	HESAPLA	-	-	PAC OptiDist	Koehler K25339	PAC OptiDist

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 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 gerçekleştirilebilirlik standart sapma değerinin 2,8 katı alınarak belirlenmiştir. Aykırı değerler “Grubbs' Test”e göre kükürt, buharlaşma yüzdesi (E70) ve buhar kilitlenme indisi tayini çalışmasında tespit edilmiş olup Tablo 4 'te kırmızı renkte verilmiştir.

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 4- Tablo 6'da, z-skorlarının grafiksel değişimleri ise Şekil 1-8'de verilmiştir. Tablo 7'de z-skoru dağılımları, Tablo 8'de 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.

Benzin görünüş parametresi sayısal değer olarak ifade edilmediğinden z-skoru hesaplanmamıştır.

Benzen ve oksijen içeriği çalışmasında katılımcı sayısı istatistiksel olarak sağlıklı bir şekilde değerlendirmek için yeterli olmadığından değerlendirme yapılmamıştır.

Tüm katılımcılar tarafından "damıtma kalıntı oranı" değerini bir (1) olarak raporlanmış olup, standart sapma değeri referans değerinin % 2'si alınarak z skoru hesaplanmıştır.

Kükürt için homojenlik çalışması TÜBİTAK UME Referans Malzemeler Laboratuvarı tarafından yapılmıştır. Homojenlik çalışması 6 adet numune şişesi seçilmiş ve her bir şişeden ikişer paralel çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalarda örnekler ICP-MS cihazı kullanılarak analiz edilmiş ve sonuçlar aşağıdaki tablolarda verilmiştir. Sonuçlara one-way (tek etken) ANOVA testi uygulanarak bulunan F değerleri F_{kritik} değeri ile karşılaştırılmıştır. F değerinin F_{kritik} değerinden küçük olduğu gözlenmiş ve şişeler arasında anlamlı bir farkın olmadığı tespit edilmiştir. Yapılan çalışma sonuçları Tablo 3'te verilmiştir.

Tablo 3. Kükürt homojenlik çalışması sonuçları

Örnek No	Kükürt	
	Tekrar	
	1	2
1	10,1	10,0
2	10,4	10,1
3	10,2	10,2
4	10,2	10,4
5	10,1	9,8
6	9,8	10,1
F	1,347	
F_{kritik}	4,387	

Tablo 4. Benzinde kükürt, 70 °C, 100 °C ve 150 °C'ta buharlaşma yüzdesi tayini sonuçları

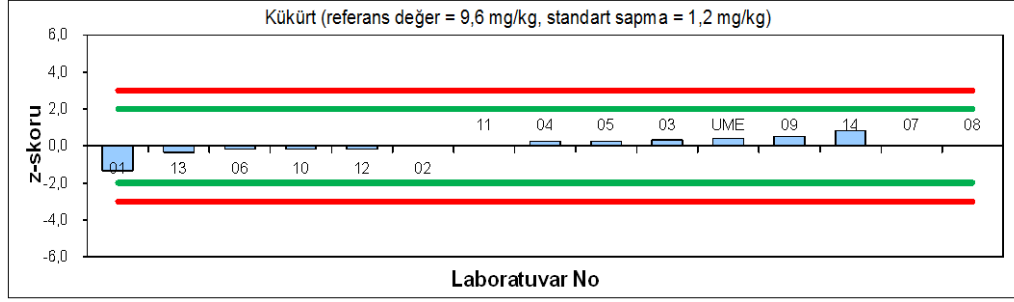
Lab. No	Kükürt			Buharlaşma Yüzdesi @ 70 °C			Buharlaşma Yüzdesi @ 100 °C			Buharlaşma Yüzdesi @ 150 °C		
	mg/kg			(% v/v)			(% v/v)			(% v/v)		
	Referans değer = 9,6			Referans değer = 37,5			Referans değer = 60,5			Referans değer = 92,3		
	Standart sapma = 1,2			Standart sapma = 1,9			Standart sapma = 1,5			Standart sapma = 0,9		
	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z
01	8,0	0,7	-1,3	38,6	0,8	0,6	61,6	0,6	0,7	91,5	0,5	-0,9
02	9,6	0,97	0,0	37,7	2,31	0,1	60	1,218	-0,3	92,3	0,98	0,0
03	10,0	-	0,3	34,2	-	-1,7	60,5	-	0,0	92,4	-	0,1
04	9,9	-	0,3	36,6	-	-0,5	60,3	-	-0,1	92,3	-	0,0
05	9,9	-	0,3	35,3	-	-1,2	59,5	-	-0,7	92,4	-	0,1
06	9,4	-	-0,2	37,4	-	-0,1	60,1	-	-0,3	92,8	-	0,6
07	-	-	-	36,5	-	-0,5	61,1	-	0,4	91,8	-	-0,6
08	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
09	10,2	2,3	0,5	38	1	0,3	60,6	0,73	0,1	92,4	0,55	0,1
10	9,4	-	-0,2	37,5	-	0,0	60,7	-	0,1	92,1	-	-0,2
11	9,6	0,2	0,0	38,4	0,2	0,5	60	0,3	-0,3	92,6	0,2	0,3
12	9,4	1,3	-0,2	37,5	0,8	0,0	60,6	0,5	0,1	92,3	0,4	0,0
13	9,2	0,6	-0,3	37,7	1,8	0,1	60,6	1,5	0,1	92,3	1,9	0,0
14	10,6	-	0,8	36,7	-	-0,4	60,2	-	-0,2	92,2	-	-0,1
UME	10,1	-	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tablo 5. Benzinde görünüş, 15 °C'da yoğunluk, buhar basıncı ve buhar kilitlenme indisi tayini sonuçları

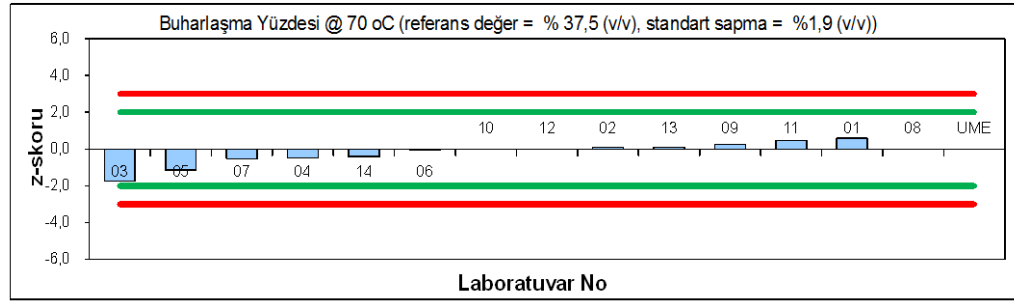
Lab. No	Görünüş		Yoğunluk @ 15 °C			Buhar Basıncı			Buhar Kilitlenme İndisi			Lab. No
			kg/m ³			kPa						
			Referans değer = 744,1			Referans değer = 55,9			Referans değer = 822,7			
	Standart sapma = 0,5			Standart sapma = 2,1			Standart sapma = 19,7					
	Sonuç	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	
01	BERRAK PARLAK	z-skoru hesaplanmaz.	744,02	0,7	-0,2	55,0	0,3	-0,4	820	6	-0,1	01
02	C&B		744,5	0,5	0,8	54,5	1,07	-0,7	808,9	15,94	-0,7	02
03	BERRAK PARLAK		744,4	-	0,6	56,8	-	0,4	-	-	-	03
04	BERRAK ve PARLAK		744,1	-	0,0	56,2	-	0,1	-	-	-	04
05	BERRAK ve PARLAK		744,2	-	0,2	56,9	-	0,5	-	-	-	05
06	BERRAK PARLAK		744,1	-	0,0	55,3	-	-0,3	814,8	-	-0,4	06
07	BERRAK		743,9	-	-0,4	54,9	-	-0,5	977	-	7,8	07
08	-		-	-	-	-	-	-	-	-	-	08
09	BERRAK ve PARLAK		744,1	0,37	0,0	56,2	1,2	0,1	833	14	0,5	09
10	BERRAK ve PARLAK		744,1	-	0,0	55,8	-	0,0	821	-	-0,1	10
11	BERRAK-PARLAK		744,1	0,02	0,0	55,9	0,4	0,0	827,8	16	0,3	11
12	BERRAK ve PARLAK		744,1	0,4	0,0	55,9	0,4	0,0	821,5	11,8	-0,1	12
13	BERRAK ve PARLAK		744,17	0,09	0,1	56,1	0,8	0,1	825	12	0,1	13
14	BERRAK PARLAK		744,3	-	0,4	56,7	-	0,4	823,9	-	0,1	14
UME	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	UME

Tablo 6. Benzinde benzen, oksijen, damıtma kalıntısı oranı bakır şerit korozyonu ve son kaynama noktası tayini sonuçları

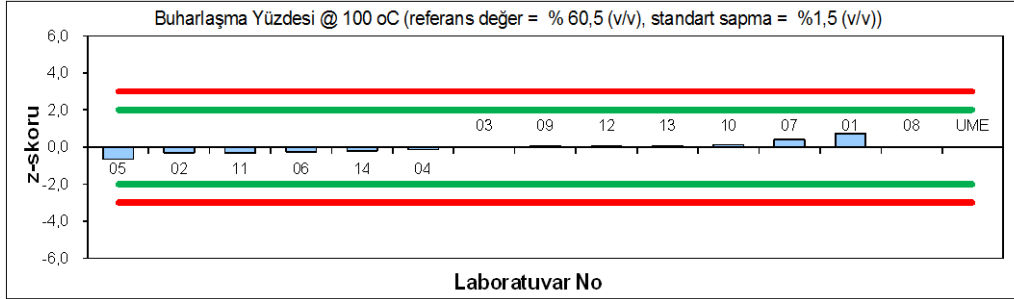
Lab. No	Benzen		Oksijen		Damıtma Kalıntısı Oranı			Bakır Şerit korozyonu, 3 saat, 50 °C		FBP		
	% (v/v)		% (m/m)		% (v/v)					°C		
					Referans değer = 1,0					Referans değer = 178,4		
					Standart sapma = 0,02			Standart sapma = 4,2				
	Sonuç	s	Sonuç	s	Sonuç	s	z	Sonuç	z	Sonuç	s	z
01	0,8	0,0	2,8	0,4	1,0	-	0,0	1A	z-skoru hesaplanmaz.	175,4	1,2	-0,7
02	0,81	0,038	0,5	0,035	1,0	0,017	0,0	1A		176,7	4,187	-0,4
03	-	-	-	-	1,0	-	0,0	-		178,6		0,0
04	-	-	-	-	1	-	0,0	-		179,9	-	0,4
05	-	-	-	-	1,0	-	0,0	-		178,1		-0,1
06	-	-	-	-	1,0	-	0,0	-		177,8		-0,1
07	-	-	-	-	-	-	-	-		177,2	-	-0,3
08	-	-	-	-	-	-	-	-		-	-	-
09	-	-	0,55	0,02	1,0	0,15	0,0	-		178,2	2,3	-0,7
10	-	-	-	-	1,0	-	0,0	-		-		-0,7
11	-	-	0,5	0,02	1,0	0,1	0,0	-		180,7	0,4	0,5
12	-	-	-	-	1,0	0,2	0,0	-		179,1	1,3	-0,7
13	-	-	-	-	1,0	0,1	0,0	-		179,5	3,7	-0,7
14	-	-	-	-	1,0	-	0,0	1A		179,7	-	-0,7
UME	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-



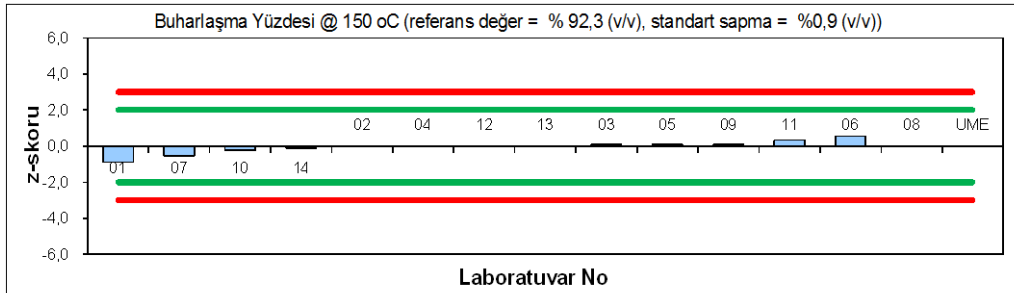
Şekil 1. Benzinde kükürt tayini z-skorları



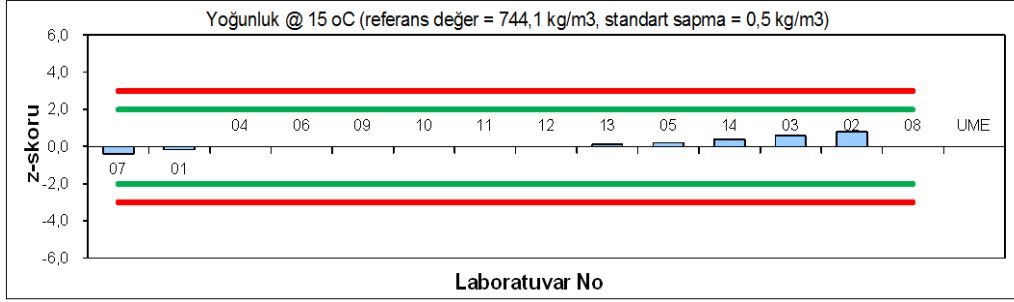
Şekil 2. Benzinde 70 °C'da buharlaştırma yüzdesi (% v/v) tayini z-skorları



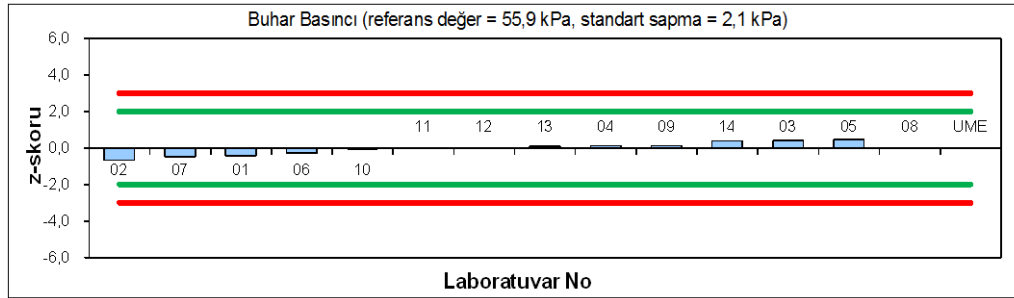
Şekil 3. Benzinde 100 °C'da buharlaştırma yüzdesi (% v/v) tayini z-skorları



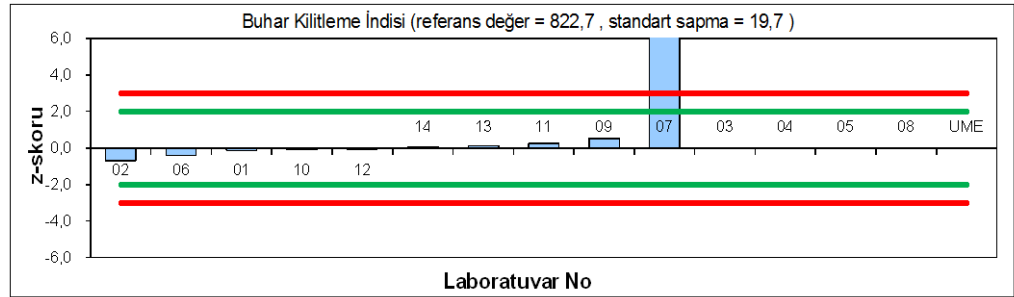
Şekil 4. Benzinde 150 °C'da buharlaştırma yüzdesi (% v/v) tayini z-skorları



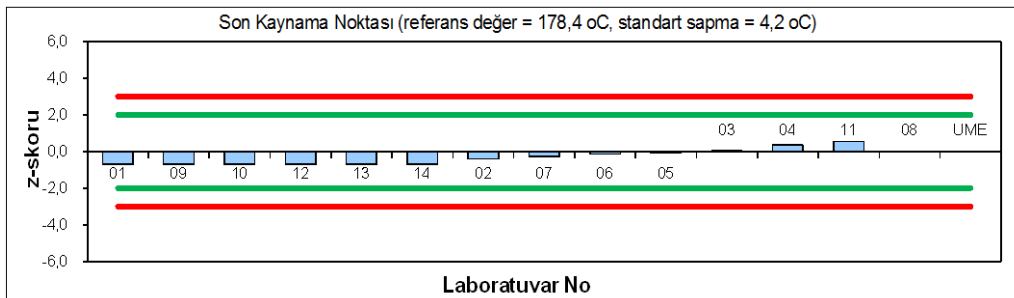
Şekil 5. Benzinde 15 °C'da yoğunluk tayini z-skorları



Şekil 6. Benzinde buhar basıncı tayini z-skorları



Şekil 7. Benzinde buhar kilitlenme indisi tayini z-skorları



Şekil 8. Benzinde son kaynama noktası z-skorları

Tablo 7. z-skoru dağılımları

Parametre	$ 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	13	100	-	-	-	-	13
Buharlaşma Yüzdesi @ 70 °C'da % (v/v)	13	100	-	-	-	-	13
Buharlaşma Yüzdesi @ 100 °C'da % (v/v)	13	100	-	-	-	-	13
Buharlaşma Yüzdesi @ 150 °C'da % (v/v)	13	100	-	-	-	-	13
Görünüş	Uygulanmaz.						13
Yoğunluk @ 15 °C kg/m ³	13	100	-	-	-	-	13
Buhar Basıncı kPa	13	100	-	-	-	-	13
Buhar Kilitlenme İndisi	9	-	-	-	1	-	10
Benzen % (v/v)	Sonuç sayısı yetersiz olduğundan hesaplanmadı.						2
Oksijen % (m/m)	Sonuç sayısı yetersiz olduğundan hesaplanmadı.						4
Damıtma Kalıntısı Oranı	12	100	-	-	-	-	12
Bakır Şerit korozyonu, 3 saat, 50 °C	Uygulanmaz.						3
Son Kaynama Noktası °C	13	100	-	-	-	-	13

Tablo 8. Sonuçların dağılımı

	Kükürt mg/kg	Buharlaşma Yüzdesi @ 70 °C % (v/v)	Buharlaşma Yüzdesi @ 100 °C % (v/v)	Buharlaşma Yüzdesi @ 150 °C % (v/v)	Görünüş	Yoğunluk @ 15 °C kg/m ³
Laboratuvar sayısı (n)	13	13	13	13	13	13
Ortanca	9,6	37,5	60,5	92,3	-	744,1
Ortalama değer	9,6	37,08	60,45	92,26	-	744,2
Referans değer	9,6	37,5	60,5	92,3	-	744,1
Standart sapma	1,2	1,9	1,5	0,9	-	0,5
Maksimum değer	10,60	38,6	61,6	93	-	744,5
Minimum değer	8,0	34,2	60	91,5	-	743,9
Dağılım aralığı (Maks-Min)	2,6	4,4	2,1	1	-	0,6

Tablo 8. Sonuçların dağılımı (devamı)

	Buhar Basıncı kPa	Buhar Kilitlenme İndisi	Benzen % (v/v)	Oksijen % (m/m)	Damıtma Kalıntısı Oranı % (v/v)	Bakır Şerit korozyonu, 3 saat, 50 oC	FBP °C
Laboratuvar sayısı (n)	13	10	2	4	12	3	12
Ortanca	55,9	822,7	-	-	1,0	-	178,4
Ortalama değer	55,86	837,29	-	-	1,0	-	178,41
Referans değer	55,9	822,7	-	-	1,0	-	178,4
Standart sapma	2,1	19,7	-	-	0,02	-	4,2
Maksimum değer	56,9	977	0,81	2,8	0,00	-	180,7
Minimum değer	54,5	808,9	0,80	0,5	0,00	-	175,4
Dağılım aralığı (Maks-Min)	2,4	168	0,01	2,3	0,00	-	5,3

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, Ekim 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