



ATIK YAĞDA ELEMENT TAYİNİ YETERLİLİK TESTİ RAPORU

**TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI**

Rapor No: KAR-G3RM-900.2014.02

Koordinatör: Dr. Fatma AKÇADAĞ

**10 Mart 2015
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, Süleyman CAN ve Murat TUNÇ

Referans Malzemeler Laboratuvarı Sorumlusu

Dr. Alper İŞLEYEN



İÇİNDEKİLER

1. GİRİŞ	4
2. ÇALIŞMANIN AMACI	6
3. TEST ÖRNEĞİ VE ÇALIŞMA PROGRAMI.....	6
4. KULLANILAN METOTLAR	6
5. ANALİZ SONUÇLARININ RAPORLANMASI	6
6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	8
7. AÇIKLAMA, GÖRÜŞ VE YORUMLARLAR.....	11
8. KAYNAKLAR.....	12
9. EK-1 HOMOJENLİK VE KARARLILIK TESTİ SONUÇLARI	13
9.1 Homojenlik Testi	13
9.2 Kararlılık Testi.....	16

TABLolar

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları metotlar/cihazlar	7
Tablo 2. Atık yağda As ve Cr tayin sonuçları ve z-skorları	9
Tablo 3. z-skoru dağılımları	11
Tablo 4. Sonuçların dağılımı.....	11
Tablo 5. Atık yağda As ve Cd için homojenlik testi sonuçları.....	14
Tablo 6. Atık yağda Cr ve Pb için homojenlik testi sonuçları	15
Tablo 7. Atık yağda As ve Cr kararlılık testi sonuçları	17
Tablo 8. Atık yağda Cr ve Pb kararlılık testi sonuçları	17

ŞEKİLLER

Şekil 1. Atık yağda As tayini z-skorları	10
Şekil 2. Atık yağda Cd tayini z-skorları	10
Şekil 3. Atık yağda Cr tayini z-skorları	10
Şekil 4. Atık yağda Pb tayini z-skorları.....	10

1. GİRİŞ

Atık Yağların Kontrolü Yönetmeliği, (Resmi Gazete Tarihi: 30.07.2008 Resmi Gazete Sayısı: 26952) kullanılmış benzinli motor, dizel motor, şanzıman ve diferansiyel, transmisyon, gres ve diğer özel taşıt yağları ile hidrolik sistem, türbin ve kompresör, kızak, açık-kapalı dişli, sirkülasyon, metal kesme ve işleme, metal çekme, tekstil, ısı işlem, ısı transfer, izolasyon ve koruyucu, izolasyon, trafo, kalıp, buhar silindir, pnömatik sistem koruyucu, gıda ve ilaç endüstrisi, kağıt makinesi, yatak ve diğer özel endüstriyel yağlar ve endüstriyel gresler, kullanılmış kalınlaştırıcı, koruyucu, temizleyici ve benzeri özel müstahzarlar ve kullanıma uygun olmayan yağ ürünlerini, atık yağ olarak tanımlanmaktadır.

Atık Yönetimi Genel Esaslarına İlişkin Yönetmelikte (Resmi Gazete Tarihi: 05.07.2008 Resmi Gazete Sayısı: 26927) atıkların ayrılması, toplanması, taşınması, geri kazanılması ve bertarafı sırasında su, hava, toprak, bitki ve hayvanlar için risk yaratmayacak, gürültü, titreşim ve koku yoluyla rahatsızlığa neden olmayacak, doğal çevrenin olumsuz etkilenmesini önleyecek ve böylece çevre ve insan sağlığına zarar vermeyecek yöntem ve işlemlerin kullanılması esastır.

Atık motor yağları dahil atık yağlar ile bu yağların işlenmesi sonucu çıkan atıkların insan ve çevreye zarar verecek şekilde sahada boşaltılması veya yenisi ile değiştirilmesi, depolanması, doğrudan veya dolaylı bir biçimde yüzeysel sular ile yeraltı suyuna, denizlere, drenaj sistemleri ile toprağa verilmesi, fuel-oil veya diğer sıvı yakıtlara karıştırılması ve mevcut düzenlemeler ile belirlenen limitleri aşarak hava kirliliğine neden olacak şekilde işlenmesi veya yakılması yasaktır. Atıkların yarattığı çevresel kirlenme ve bozulmadan doğan zararlardan dolayı atığın sahipleri, taşıyıcıları, geri kazanımcıları ve bertaraf edicileri müteselsilen kusur şartı aranmaksızın sorumludurlar. Sorumluların çevresel zararı durdurmak, gidermek ve azaltmak için gerekli önlemleri alması yönetmeliğin bir gereğidir.

Her türlü sanayi dalından kaynaklanan atık sanayi yağlarının, kategori testlerinin “Atık Yağ Kategorileri ve Müsaade Edilen Kirlenici Parametre Sınır Değerlerinde” belirtilen parametrelere göre atık üreticisi tarafından yetkilendirilmiş kuruluşlara yaptırılarak uygun yöntemlerle işlenmesi veya bertaraf ettirilmesi gerekir.

Yapılan analizlerinin doğru ve güvenilirliği çevrenin korunması için önemlidir. Bir laboratuvarın yaptığı test ve ölçümlerin güvenilirliği, yaptığı ölçümlerin kalitesi ile belirlenir. Ölçüm kalitesi ise ölçüm sonuçlarının gerçekliği ve tekrarlanabilirliği ile doğru orantılıdır. Laboratuvar yeterlilik testleri, test ve ölçüm yapan laboratuvarların performansının belirlenmesinde önemli bir araçtır

ve laboratuvarın kendi performansını diğer laboratuvarlarla karşılaştırma olanağı sağlar. Bir laboratuvarın belli bir analizi yapmadaki yeterliliğini kanıtlamasının diğer bir yolu ise laboratuvarın bağımsız kurumlar tarafından akreditasyonudur. Laboratuvar akreditasyonu sırasında laboratuvarın yeterlilik testlerinden elde ettiği sonuçlar da değerlendirmelerde kullanılmaktadırlar.

TÜBİTAK UME Kimya Grubu Laboratuvarları yeterlilik testlerinin önemini göz önüne alarak laboratuvarlarda yapılan ölçümlerin performansını belirlemek amacıyla yeterlilik testi çalışmaları organize etmektedir. Atık yağlarda element tayini ile ilgili yeterlilik testleri düzenlenmesine ilk kez 2014 yılında başlanmıştır. Bu çalışmada katılımcı laboratuvarların atık yağda As, Cd, Cr ve Pb tayinleri yapmaları istenmektedir.

Bu dönem düzenlenen çalışmada, çalışmaya katılmayı bildiren 4 laboratuvara numuneler 14 Ekim 2014 tarihinde kargo ile gönderilmiş ve laboratuvarlardan analiz sonuçlarını 14 Kasım 2014 tarihine kadar göndermeleri istenmiştir.

2. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmada atık yağda element 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. Çalışma protokolü katılımcı laboratuvarlara ayrıca e-posta ile de gönderilmiştir.

Test örneği olarak, endüstriyel atık yağ kullanılır. Atık yağ önce süzülür. Süzülen test örneğine “Atık Yağ Yönetmeliği”ne göre verilen derişim aralıklarında sertifikalı referans elementler eklenmiş ve test örneği ~ 4 saat karıştırılarak homojen hale getirilmiştir. Yaklaşık 20 ml test örneği nitrik asit ile önceden temizlenmiş kahverengi cam şişelerde paketlenerek çalışmaya katılmayı bildiren 4 laboratuvara numuneler 14 Ekim 2014 tarihinde kargo ile gönderilmiştir.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilmiştir. Laboratuvarların test örneğini analiz ederek sonuçları 14 Kasım 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/cihazlar Tablo 1’de verilmiştir.

5. ANALİZ SONUÇLARININ 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.

Tablo 1. Katılımcı laboratuvarların analizlerde kullandıkları metotlar/cihazlar

Lab. No	As		Cd		Cr		Pb	
	Kullanılan Metotlar	Kullanılan Cihazlar	Kullanılan Metotlar	Kullanılan Cihazlar	Kullanılan Metotlar	Kullanılan Cihazlar	Kullanılan Metotlar	Kullanılan Cihazlar
01	EPA 7061 A	AAS	EPA 7130	AAS	EPA 7190	AAS	EPA 7420	AAS
02	-	-	-	-	-	-	-	-
03	-	-	-	-	-	-	-	-
04	EPA 6010C, EPA 3051A	ICP-OES	EPA 6010C, EPA 3051A	ICP-OES	EPA 6010C, EPA 3051A	ICP-OES	EPA 6010C, EPA 3051A	ICP-OES
UME		HR-ICP-MS		HR-ICP-MS		HR-ICP-MS		HR-ICP-MS

6. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada, numune hazırlanması, kararlılık ve homojenlik testleri ve referans değerlerin belirlenmesi çalışmaları TÜBİTAK UME Kimya Grubu İnorganik Kimya Laboratuvarı tarafından yapılmıştır.

Laboratuvarlar arası çalışmalarda sonuçların değerlendirilmesinde önemli etkenlerden bir tanesi de standart sapma değeridir. Bu değer çalışmanın amacına uygun olarak belirlenmesi gerekir. Bu çalışmada, yeterlilik testi değerlendirilmesinde kullanılan standart sapma değerleri As için % 15'i, Cd, Cr ve Cu için ise referans değerlerin % 10'u alınarak berilenmiştir.

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 analiz uygundur.

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

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

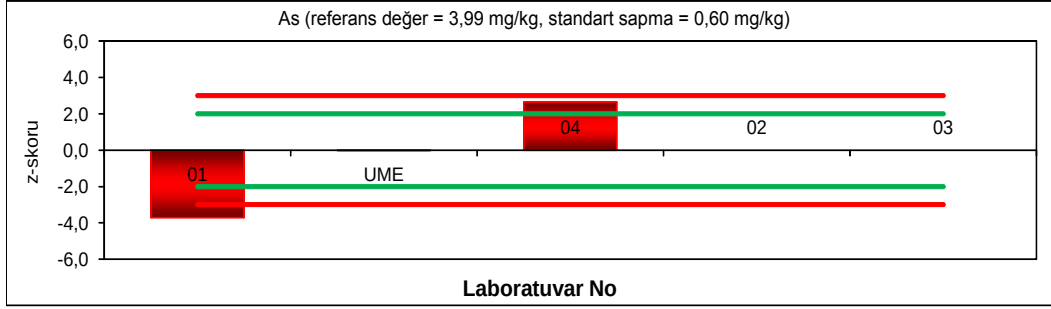
Laboratuvar sonuçları Tablo 2'de, z-skorlarının grafiksel değişimleri ise Şekil 1-6'da verilmiştir.

Tablo 3'te z-skoru dağılımları, Tablo 4'te ise sonuçların dağılımları verilmiştir.

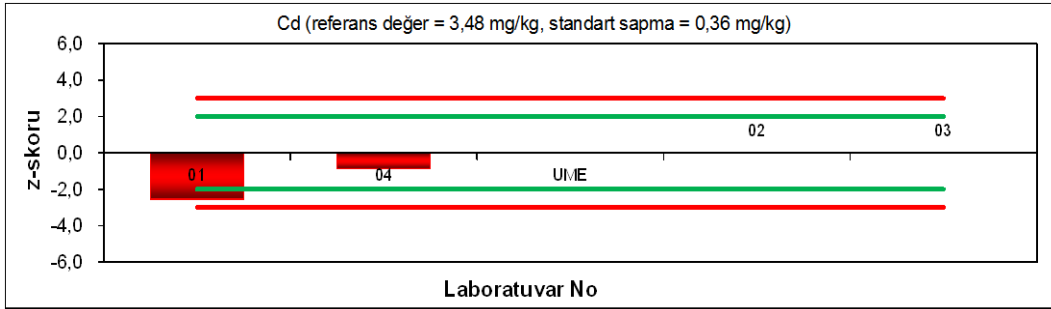
Bu çalışmaya katılan iki laboratuvar sonuç bildirmemiştir.

Tablo 2. Atık yağda As ve Cr tayin sonuçları ve z-skorları

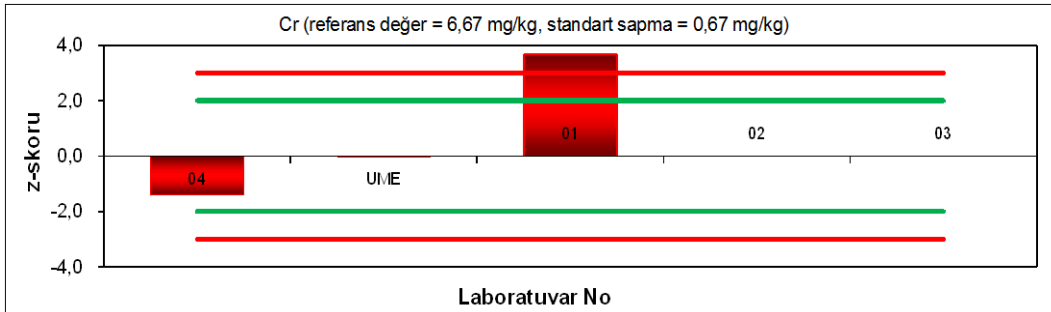
Lab. No	As			Cd			Cr			Pb		
	Referans değer = 3,99 mg/kg			Referans değer = 3,48 mg/kg			Referans değer = 6,67 mg/kg			Referans değer = 57,42 mg/kg		
	Standart sapma = 0,60 mg/kg			Standart sapma = 0,36 mg/kg			Standart sapma = 0,67 mg/kg			Standart sapma = 5,74 mg/kg		
	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z	Sonuç	s	z
01	1,7598	0,2927	-3,7	2,5632	0,1481	-2,5	9,130	0,8931	3,7	83,2425	2,9432	4,5
02	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
03	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
04	5,57	0,03	2,6	3,17	0,02	-0,9	5,73	0,02	-1,4	47,56	0,29	-1,7
UME	3,99	0,12	0,0	3,48	0,03	0,0	6,67	0,04	0,0	57,42	0,48	0,0



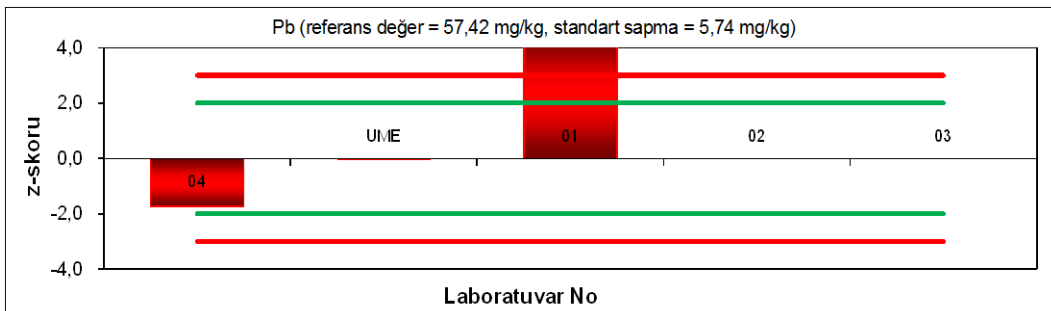
Şekil 1. Atık yağda As tayini z-skorları



Şekil 2. Atık yağda Cd tayini z-skorları



Şekil 3. Atık yağda Cr tayini z-skorları



Şekil 4. Atık yağda Pb tayini z-skorları

Tablo 3. z-skoru dağılımları

z-skoru	$ z \leq 2,0$		$2,0 < z < 3,0$		$ z \geq 3,0$		Laboratuvar Sayısı
	Laboratuvar Sayısı	%	Laboratuvar Sayısı	%	Laboratuvar Sayısı	%	
As	1	33	1	33	1	33	3
Cd	2	67	1	33	-	-	3
Cr	2	67	-	-	1	33	3
Pb	2	67	-	-	1	33	3

Tablo 4. Sonuçların dağılımı

	As	Cd	Cr	Pb
Laboratuvar sayısı (n)	3	3	3	3
Eklenen değer (mg/kg)	3	3	6	50
Median (mg/kg)	3,99	3,17	6,67	57,42
Ortalama değer (mg/kg)	3,77	3,07	7,18	62,74
Referans değer (mg/kg)	3,99	3,48	6,67	57,42
Standart sapma (mg/kg)	0,60	0,36	0,67	5,74
Maksimum değer (mg/kg)	5,57	3,4793	9,130	83,2425
Minimum değer (mg/kg)	1,76	2,56	5,73	47,56

7. AÇIKLAMA, GÖRÜŞ VE YORUMLARLAR

Bu raporda, As için referans değer homojenlik ve kararlılık çalışması sonuçlarının ortalaması alınarak düzeltildi. Ayrıca As için yeterlilik testi değerlendirmesi standart sapma değerinin referans değerinin % 15 alınarak belirlendiği ifade edildi. Bu rapor, 23/12/2014 tarihli ve KAR-G3RM-900.2014.02 nolu rapor yerine hazırlanmış olup eski raporun yanlış anlamaları önleyecek şekilde ortadan kaldırılmalıdır.

8. 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. Boyer, K.W., Horwitz, W. and Albert, R., Interlaboratory Variability in Trace Element Analysis, Analytical Chemistry, 57, 454-459, 1985
8. Fearn T, Thompson M., A new test for 'sufficient homogeneity', Analyst, 126, 1414-1417, 2001
9. Atık Yağda Element Tayini Yeterlik Testi Çalışması Protokolü, Ekim 2014
10. Atık Yönetimi Genel Esaslarına İlişkin Yönetmelikte (Resmi Gazete Tarihi: 05.07.2008 Resmi Gazete Sayısı: 26927)
11. Atık Yönetimi Genel Esaslarına İlişkin Yönetmelikte (Resmi Gazete Tarihi: 05.07.2008 Resmi Gazete Sayısı: 26927)

9. EK-1 HOMOJENLİK VE KARARLILIK TESTİ SONUÇLARI

9.1 Homojenlik Testi

Her katılımcının karşılaştırılabilir yeterlilik testi numunesi almasını sağlamak için homojenlik testi yapılır. Homojenlik testi çalışması, yeterlilik testi için hazırlanan örneklerden rastgele beş adet seçilerek ve her bir şişede iki paralel çalışma yapılarak gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada, örnekler HR-ICP-MS cihazı kullanılarak analiz edilmiş ve elde edilen analiz sonuçları kullanarak aşağıda verilen denklemler yardımıyla sonuçlar istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. Homojenlik çalışması sonuçları Tablo 5-6'de yer almaktadır.

$x_{t,v}$

Burada;

t : örnek numarası ($t = 1, 2, \dots, g$)

v : tekrar sayısı ($v = 1, 2$)

$$x_{t,v} = \frac{(x_{t,1} + x_{t,2})}{2}$$

$$\bar{x}_{.v} = \sum \bar{x}_{t,v} / g$$

$$s_w = \sqrt{\sum w_t^2 / (2g)}$$

$$w_t = |x_{t,1} - x_{t,2}|$$

$$s_x = \sqrt{\sum (x_{t,v} - \bar{x}_{.v})^2 / (g-1)}$$

$$s_s = \sqrt{s_x^2 - (s_w^2 / 2)}$$

Bu denklemlerde;

$x_{t,v}$: örnek sonuçlarının ortalaması

w_t : tekrar sonuçları arasındaki fark

$\bar{x}_{.v}$: tüm sonuçların ortalaması

s_x : örnek ortalamalarının standart sapması

s_w : örnek içi standart sapma

s_s : örnekler arası standart sapmayı göstermektedir.

İstatistiksel değerlendirme sonucunda elde edilen sonuçlar ile aşağıda verilen eşitlik sağlandığında hazırlanan yeterlilik testi numunesi homojendir.

$$s_s \leq 0,3\sigma$$

Bu eşitlikte;

σ : yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma

Bu çalışmada tüm parametreler için $s_s \leq 0,3\sigma$ olduğu gözlenmiş olup şişeler arasında anlamlı bir farkın olmadığı tespit edilmiştir.

Tablo 5. Atık yağda As ve Cd için homojenlik testi sonuçları

As						Cd					
t	v		$x_{t,v}$	w_t	wt^2	t	v		$x_{t,v}$	w_t	wt^2
	Tekrar 1	Tekrar 2					Tekrar 1	Tekrar 2			
1	4,27	4,05	4,16	0,22	0,0484	1	3,53	3,44	3,49	0,09	0,0076
2	4,07	4,15	4,11	0,08	0,0064	2	3,51	3,55	3,53	0,04	0,0015
3	3,79	3,96	3,88	0,17	0,0289	3	3,16	3,46	3,31	0,31	0,0937
4	4,10	4,08	4,09	0,02	0,0004	4	3,49	3,43	3,46	0,06	0,0039
5	4,17	4,07	4,12	0,10	0,0100	5	3,55	3,47	3,51	0,08	0,0057
			$\bar{x}$	4,07					$\bar{x}$	3,46	
			s_x	0,11					s_x	0,09	
			s_w	0,10					s_w	0,11	
			s_s	0,089					s_s	0,045	
			σ	0,61					σ	0,36	
			$0,3\sigma$	0,183					$0,3\sigma$	0,108	
			0,089	≤	0,183				0,045	≤	0,108

Tablo 6. Atık yağda Cr ve Pb için homojenlik testi sonuçları

Cr						Pb					
t	v		$x_{t,v}$	w_t	wt^2	t	v		$x_{t,v}$	w_t	wt^2
	Tekrar 1	Tekrar 2					Tekrar 1	Tekrar 2			
1	6,70	6,60	6,65	0,10	0,0105	1	59,61	58,10	58,85	1,51	2,2695
2	6,54	6,64	6,59	0,10	0,0097	2	59,38	58,11	58,75	1,27	1,6172
3	6,82	6,75	6,78	0,07	0,0049	3	54,53	56,54	55,53	2,01	4,0229
4	6,50	6,78	6,64	0,28	0,0797	4	57,80	57,57	57,68	0,24	0,0565
5	6,85	6,82	6,83	0,03	0,0011	5	58,36	57,59	57,97	0,77	0,5999
			$\bar{x}_{gr}$	6,70					$\bar{x}_{gr}$	57,76	
			s_x	0,10					s_x	1,34	
			s_w	0,10					s_w	0,93	
			s_s	0,075					s_s	1,168	
			σ	0,67					σ	5,74	
			$0,3\sigma$	0,201					$0,3\sigma$	1,722	
			0,075	≤	0,201				1,168	≤	1,722

9.2 Kararlılık Testi

Yeterlilik testi numunesinin laboratuvarların sonuç gönderme süresince kararlılığını belirlemek için kararlılık testi yapılır. Test, örnek hazırlandıktan sonra yeterlilik testi için verilen süreyi kapsar. Bu amaçla, homojenlik testi için ayrılan beş şişeden rastgele üç şişe seçilerek her bir şişede iki paralel çalışma yapılarak kararlılık testi yapılmıştır. Atık yağda element konsantrasyonları, HR-ICP-MS cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Analizler numunenin hazırlandığı günden itibaren üç farklı tarihte yapılmıştır. Elde edilen sonuçları değerlendirmek için aşağıdaki eşitlik kullanılarak istatistiksel yöntem uygulanır. Kararlılık çalışması sonuçları Tablo 7-8'de yer almaktadır.

$$|\bar{y}_v - \bar{x}_v| \leq 0,3\sigma$$

Burada;

$\bar{y}_v$: kararlılık testi sonuçlarının ortalaması

$\bar{x}_v$: homojenlik testi analiz sonuçların ortalaması

σ : yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma

İstatistiksel değerlendirme elde edilen sonuçlar ile yukarıda verilen eşitlik sağlandığında hazırlanan yeterlilik testi numunesi katılımcı laboratuvarların sonuç gönderme süresince kararlıdır.

Bu çalışmada tüm parametreler için $|\bar{y}_v - \bar{x}_v| \leq 0,3\sigma$ olduğu gözlenmiş olup test örneğinin yeterlilik testi süresince kararlı olduğu tespit edilmiştir.

Tablo 7. Atık yağda As ve Cr kararlılık testi sonuçları

As				Cd			
t	v		y _{t,v}	t	v		y _{t,v}
	Tekrar 1	Tekrar 2			Tekrar 1	Tekrar 2	
1	4,16	3,82	3,99	1	3,49	3,62	3,56
2	3,88	3,64	3,76	2	3,31	3,50	3,40
3	4,12	3,80	3,96	3	3,51	3,57	3,54
	$ \bar{y}_x $	3,90			$ \bar{y}_x $	3,50	
	$ \bar{x}_x - \bar{y}_x $	0,169			$ \bar{x}_x - \bar{y}_x $	0,041	
	σ	0,61			σ	0,36	
	$0,3\sigma$	0,183			$0,3\sigma$	0,108	
0,169		≤	0,183	0,041		≤	0,108