



PETROL YETERLİLİK TESTİ ÇALIŞMALARI PROTOKOLÜ

TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ
REFERANS MALZEMELER LABORATUVARI

Protokol No: KAR-G3RM-9900.2014

Ekim 2014
Gebze-Kocaeli

İÇİNDEKİLER

1. ÇALIŞMANIN AMACI	1
2. KOORDİNATÖR.....	1
3. ÇALIŞMAYA KATILIM	1
4. TEST ÖRNEĞİ	1
5. ÇALIŞMA PROGRAMI	2
6. TAYİN EDİLECEK PARAMETRELER	3
7. KULLANILACAK METOTLAR	4
8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI	5
9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	5
10. GİZLİLİK.....	6
10. KAYNAKLAR.....	6

1. ÇALIŞMANIN AMACI

Bu çalışmalarda, motorin, benzin, JET-A1 ve fuel oil testleri yapan petrol laboratuvarlarının performanslarının belirlenmesi ve laboratuvarların kendi performanslarını geliştirmeye yönelik katkı sağlanması amaçlanmıştır.

2. KOORDİNATÖR

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

Yazışma adresi:

TÜBİTAK UME
TÜBİTAK Gebze Yerleşkesi
Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. No: 1
41470 Gebze / KOCAELİ
T +90 262 679 5000 – 6400 F +90 262 679 5001
www.ume.tubitak.gov.tr

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

Teknik Komite: Ahmet Ceyhan GÖREN, Alper İŞLEYEN, Fatma AKÇADAĞ, Burcu BİNİCİ, Murat TUNÇ, Kevser TOPAL, Seda Damla HATİPOĞLU, Hatice ALTUNTAŞ, Elif BAŞARAN TURAN ve Nihal ZORLU

3. ÇALIŞMAYA KATILIM

Çalışma tüm laboratuvarlara açık olup ücretli olarak düzenlenir. Katılım ücretleri çalışma duyurusu ile birlikte katılımcılara bildirilir. Laboratuvarlar istedikleri yakıt(lar) için YT çalışmasına katılabilirler.

4. TEST ÖRNEĞİ

Bu çalışmalarda motorin, benzin, JET-A1 ve fuel oil test örnekleri kullanılmaktadır. Test örnekleri olarak piyasadan temin edilen örnekler kullanılır. Çalışma aralıkları motorin kirlilik testi ve benzinde kükürt testi hariç diğer parametreler için rutin örnekler ile aynıdır. Benzinde kükürt için çalışma aralığı (1-20) mg/kg'dır.

Motorinde toplam kirlilik testi için kullanılan motorin 0,7 µm cam elyaf filtre kullanılarak süzülür. Süzülmüş 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. Çalışılan örneğin etkin bir şekilde karıştırıldığı ve şişe duvarlarında yapışmış kuvarz kalmadığının kontrolü için aşağıdaki prosedürü uygulayabilirsiniz:

Ölçümden geriye kalan motorinin (yaklaşık 200 mL) tartılması ve bir başka filtre kağıdına (boş ağırlığı alınmış) aktarımının ardından şişenin içinin en az 5 kez 100'er mL'lik süzölmüş (0,7 µm cam elyaf filtreden) heptan ile çalkalanıp yıkanarak filtre kağıdına (kalan motorinin aktarıldığı) aktarımı sonrasında standart kurutma prosedürünüzü uygulayınız. Kalan motorinin içindeki toplam kirliliği (mg kirlilik / kg motorin) belirleyiniz ve bu sonucu standart yönteminizi kullanarak belirlediğiniz sonuç ile karşılaştırınız.

Diğer benzin, motorin ve fuel oil örnekleri ise şişelere doldurulmadan önce karıştırılarak homojen hale getirilir. Tüm örnekler önceden temizlenmiş 1 L alüminyum şişelerde paketlenerek katılımcı laboratuvarlara aynı anda kargo ile gönderilir. Test örneklerinin uygun koşullarda saklanması gerekir.

Katılımcı laboratuvarlar gönderilen test örneklerini aldıklarında ambalajının sağlam olup olmadığını kontrol eder. "Örnek Alındı Formunda" gerekli bilgileri doldurarak formu belirtilen adrese e-posta ile gönderirler.

5. ÇALIŞMA PROGRAMI

Çalışma yılda iki kez düzenlenir. Herbir çalışma için katılımcı laboratuvara gönderilen test örneklerinin miktarları aşağıda yer almaktadır.

- Motorin testleri için 1 L'lik 2 adet ve motorinde toplam kirlilik testi için 1 L olmak üzere toplam 3 adet,
- Benzin testleri için 1 L'lik 2 adet ve buhar basıncı için 1 L olmak üzere toplam 3 adet,
- JET- A1 için 1 L'lik 2 adet,
- Fuel Oil için 1 L'lik 2 adet,

Katılımcı laboratuvarlar ihtiyaç duyması durumunda ilave örnekler için ume.yeterliliktesti@tubitak.gov.tr e-posta adresine yazılı talepte bulunabilirler.

Laboratuvarların test örneklerini analiz ederek, sonuçları <http://www.ume.tubitak.gov.tr/tr/lak/veri-girisi-0> web sayfasındaki "VERİ GİRİŞİ" bölümü doldurup **31/10/2014** tarihine kadar göndermeleri gerekir. Veri girişi için herbir laboratuvara ayrı bir kullanıcı ismi ve parola verilir. Kullanıcı ismi ve parola e-posta ile katılımcılara bildirilir.

6. TAYİN EDİLECEK PARAMETRELER

Bu çalışmalarda, herbir test örneğinde tayin edilecek parametreler farklı olup tayini istenen parametreler ve yakıt türleri göre Tablo 1'de verilmiştir. Çalışmaya katılım için tüm parametrelerin raporlanması zorunluluğu olmayıp, katılımcı laboratuvarlar katıldıkları testlerde istedikleri parametrelerin sonuçlarını raporlayabilirler.

Tablo 1. Yakıtlar ve tayini istenen parametreler

MOTORİN TESTLERİ	
Sıra No	Test Adı
1	Kükürt , mg/kg
2	250 °C'da buharlaşma yüzdesi, (% v/v)
	350 °C'da buharlaşma yüzdesi, (% v/v)
	% 95 distilenin elde edildiği sıcaklık, °C
3	Parlama Noktası, °C
4	Yoğunluk 15°C, kg/m ³
5	Viskozite 40°C, mm ² /s
6	Soğuk Filtre Tıkanma Noktası, °C
7	Su, mg/kg
8	Setan İndisi
9	Toplam Kirlilik, mg/kg
BENZİN TESTLERİ	
Sıra No	Test Adı
1	Kükürt , mg/kg
2	70 °C'ta buharlaşma yüzdesi (E70), (% v/v)
	100 °C'ta buharlaşma yüzdesi (E100), (% v/v)
	150 °C 'ta buharlaşma yüzdesi (E150), (% v/v)
	Görünüş
3	Yoğunluk 15°C, kg/m ³
4	Buhar Basıncı, kPa
5	Buhar Kilitlenme İndisi
6	Benzen, (% v/v)
7	Oksijen, % (m/m)
8	Damıtma Kalıntısı Oranı, (% v/v)
9	Bakır Şerit Korozyonu, 3 saat, 50°C

Tablo 1. Yakıtlar ve tayini istenen parametreler (devamı)

JET- A1 TESTLERİ	
Sıra No	Test Adı
1	Toplam kükürt , (% m/m)
2	Distilasyon
	% 10 distilenin elde edildiği sıcaklık, °C
	% 50 distilenin elde edildiği sıcaklık, °C
	% 90 distilenin elde edildiği sıcaklık, °C
3	Parlama Noktası, °C
4	Yoğunluk 15°C, kg/m ³
5	Bakır Şerit Korozyonu, 2 saat, 100°C
6	Mevcut GUM (Hava ile), mg/100 ml
7	Elektriksel İletkenlik, pS/m
8	Görünüş
9	Donma Noktası, °C
10	Son Kaynama Noktası, °C
11	Saybolt Renk
12	Mikroseparator (MSEP)
FUEL OİL TESTLERİ	
Sıra No	Test Adı
1	Kükürt , % (m/m)
2	Görünüş
3	Yoğunluk 15°C, kg/m ³
4	Yoğunluk (Hidrometre Metodu), 15°C, kg/m ³
5	Viskozite, 100 °C'da, mm ² /s
6	Viskozite, 50 °C'da, mm ² /s
7	Parlama Noktası, °C
8	Akma Noktası, °C
9	Su, % (v/v)
10	Kül, % (m/m)
11	Toplam Tortu, % (m/m)

7. KULLANILACAK METOTLAR

Laboratuvarlara, rutin analizlerde uyguladıkları metotları kullanarak test örneğini analiz etmeleri, analizlerin rutin olarak bu analizleri yapan kişi(ler) tarafından yapılması ve özel bir işlem uygulanmaması önerilmektedir.

8. SONUÇLARIN RAPORLANMASI

Yeterlilik testi sonuçlarının bildirilmesi ve sonuç raporuna ulaşması <http://www.ume.tubitak.gov.tr/tr/lak/veri-girisi-0> web sayfası aracılığı ile yapılır. Laboratuvarların ölçüm sonuçlarının ortalamasını, standart sapma değerlerini, analizlerde kullandıkları cihaz ve metodu adresinde bulunan “VERİ GİRİŞİ” bölümünden göndermeleri istenir. Sonuçların **31/10/2014** tarihine kadar gönderilmesi gerekir. Zamanında gönderilmeyen sonuçlar değerlendirmeye alınmaz. < veya > şeklinde raporlanan sonuçlar için değerlendirme yapılmaz. Sonuç raporunda sadece katılımcı sonuçları raporlandığı şekilde verilir.

9. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

Bu çalışmada referans seçer katılımcı sonuçlarından belirlenir. Standart sapma değerleri ise aykırı değerler atıldıktan sonra kalan sonuçların tekrar gerçekleştirilebilirlik standart sapmasının 2,8 katı alınarak belirlenir.

Katılımcı performanslarının değerlendirmesi z-skoru ile belirlenir.

z-skoru:

z-skorları (9.1) eşitliği kullanılarak hesaplanır.

$$z = \frac{x - X}{\sigma} \quad (9.1)$$

Burada,

X : atanmış değer

x : katılımcı laboratuvar sonucu

σ : Yeterlilik testi değerlendirmesi için standart sapma

Katılımcı sonuçları değerlendirme yapılmadan önce kontrol edilir. Sadece birim hatası olan sonuçlar katılımcıya bildirilir ve düzeltme yapması talep edilebilir. Sonuçlar değerlendirilmeden önce bu işlem yapıldığı için raporda bu değerler için bir açıklama yapılmaz.

Katılımcı laboratuvarların sonuçları istatistiksel olarak değerlendirilerek z-skorları hesaplanır. Değerlendirme işlemi sonucunda yeterlilik testi çalışması sonuç raporu hazırlanır. Raporun taslak hali web sayfasında yayınlanır. Katılımcı laboratuvarların iki hafta içerisinde raporla ilgili varsa düzeltme önerileri bildirmeleri istenir. Daha sonra raporda uygun bulunan düzeltmeler koordinatör tarafından bir hafta içerisinde yapılır ve raporun son hali web sayfasında yayınlanır. Raporun son hali yayımlandıktan sonra katılımcı laboratuvarlar iyi olmayan sonuçlarını geri çekemezler. Katılımcı laboratuvarlara ayrıca Katılım Belgesi posta/kargo ile gönderilir.

Sayısal olarak raporlanamayan değerler için z skoru hesaplanamaz (ör: görünüş, bakır şerit korozyonu). Katılımcı Sayısının beşte az olması durumunda sonuçlar geniş dağılım gösteriyorsa değerlendirme yapılmaz. Sonuç raporunda sadece katılımcı sonuçları verilir.

10. GİZLİLİK

Laboratuvarlara ait sonuçların gizliliği esastır. Hazırlanan web tabanlı sistemin güvenliği için gerekli önlemler tarafımızca alınmıştır. Katılımcı laboratuvarlara ait bilgiler hiçbir şekilde üçüncü şahıslarla paylaşılmaz. Katılımcı laboratuvarlar sistemde kendilerine verilen şifreyi değiştirebilirler.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilir. Sonuç raporunda her laboratuvar sadece kendisinin bildiği bu numara ile tanımlanır ve sonuçlar laboratuvar numaraları ile raporlanır.

10. KAYNAKLAR

1. ISO/IEC 17043 Conformity assessment - General Requirements for Proficiency Testing, 2010
2. ISO/IEC 17025 General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories, 2005
3. Thompson, M., Ellison, S.R. and Wood, R., The International Harmonized Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories, Pure & Appl., Chem., 2006, Vol. 78, No. 1, pp. 145-196
4. ISO 13528 Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons, 2005