

# ÖLÇME REFERANS STANDARTLARININ KARARLILIĞININ VE İZLENEBİLİRLİĞİNİN SAĞLANMASINDA KARŞILAŞTIRMA ÖLÇÜMLERİNİN ÖNEMİ

Şakir Baytaroğlu, Nuray Karaböce

TÜBİTAK, Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME), P.K.21, 41470 Gebze/Kocaeli

## Özet

Laboratuvarlararası karşılaştırma ölçümlerinin, akredite olmuş metroloji laboratuvarları için önemi büyüktür. Karşılaştırma ölçümleri ölçme referanslarının doğruluğunu etkileyen faktörlerin, hataların ve ölçme belirsizliğinin tanımlanmasında kullanılan en önemli ve etkin araçtır. Bu çalışmada yukarıda ifade edilen konular ele alınarak laboratuvarlararası karşılaştırma ölçümleri, metodları ve düzeyleri incelenerek metroloji alanında çalışanlara bu konuda karşılaştıkları zorluklara ve kavram kargaşalığına açıklık getirilmeye çalışılmıştır.

## 1. Giriş

Metroloji laboratuvarları bulundukları referans standartların kararlılıklarını izlemek, referanslara atfedilmiş metrolojik değerlerin sertifikasyonunu sağlamak ve dolayısıyla ölçülen büyüklüğün değerinin tekrar gerçekleştirilebilirliğini, güvenilirliğini arttırmak ve muhafaza etmek durumundadır. Yüksek doğruluklu ölçümler yapan metroloji laboratuvarlarında muhafaza edilen referans standartların, önceden belirlenmiş yöntem, ölçüm metodu ve teçhizatlarla birbirleri ile karşılaştırılması "Laboratuvarlararası Karşılaştırma Ölçümü" olarak adlandırılır [1,2,3].

Laboratuvarlararası karşılaştırma ölçümlerinin amacı, metroloji alanında faaliyet gösteren laboratuvarların, akredite olmuş metroloji laboratuvarlarının muhafaza ettikleri referans standartların yeterliliğinin, güvenilirliğinin ve bu laboratuvarlarda yapılan çalışmalarının doğrulanmasıdır. Karşılaştırma ölçümleri, laboratuvarları verdikleri hizmet ya da kapasiteleri açısından karşılaştırmak anlamına gelmez. Laboratuvarlararası karşılaştırma ölçümleri, bir metroloji laboratuvarının bulundurduğu referans standartların sistematik hatasını etkileyen faktörlerin ve teçhizatların doğruluğunun tespiti için kullanılan bir yöntem olmasının yanı sıra bu laboratuvarın akreditasyon koşullarını yerine getirip getirmediği de değerlendirilmektedir. Ayrıca karşılaştırma ölçümü sonunda ortaya çıkan bilimsel, teknik ve özel sorunlara çözüm getirme açısından önemli bir araçtır [4,5,6].

## 2. Katılımcı Laboratuvarlar

Akredite olmuş laboratuvarların karşılaştırma ölçümlerine katılması şarttır. Akredite olmamış bir laboratuvar ise, deneyimini, uygun ölçme kolaylıklarını, referans standarda bir zarar vermeyeceğini kanıtlamak durumundadır. Laboratuvarlararası karşılaştırma ölçümleri gönüllü bir aktivite olarak kabul edilmemelidir, akreditasyonun devamı ve muhafazası için gereklidir. Referanslarını karşılaştırmak üzere bir ulusal ölçme sistemi içinde yer alan ve aynı faaliyet alanında hizmet veren akredite olmuş laboratuvarlar, akreditasyon kuruluşunun düzenlediği periyodik karşılaştırma ölçümlerine katılmak zorundadırlar. Örnek olarak Alman metroloji sistemi içinde yer alan Deutscher Kalibrierdienst (DKD) laboratuvarları ve metroloji alanında akreditasyon kuruluşu olan Physikalisch Technische Bundesanstalt (PTB), DKD ofisinin organize ettiği periyodik karşılaştırma ölçümlerine, akreditasyonlarını muhafaza edebilmeleri ve verilen hizmetin kalitesinin kanıtlanması için katılmak zorundadırlar. Karşılaştırma ölçümleri ulusal seviyede gerçekleştirildiği gibi uluslararası karşılaştırma ölçümleri de mevcuttur [4,5,6].

## 3. Laboratuvarlararası Karşılaştırma Ölçümü Teklifi

Teklifler en azından şu bilgileri içermelidir.

- Ölçülecek fiziksel büyüklük,
- Ölçüme katılacak referans standart ya da cihaz (tipi, teknik özellikleri vs.),
- Ölçme bölgesi,
- Ölçüm prosedürü (Laboratuvarın ölçüm prosedürü ya da mutabakata varılan ölçüm prosedürü),
- Referans laboratuvar olarak görev alacak laboratuvar,
- Karşılaştırmaya katılacak referans standardın metrolojik özellikleri (çözünürlük, hassasiyet, doğruluk vs.),
- Laboratuvarlararası karşılaştırmayı organize edecek ve sonuçların raporunu yazacak akreditasyon birimi,
- Karşılaştırmaya katılacak cihaz veya ekipmanın taşınma prosedürü

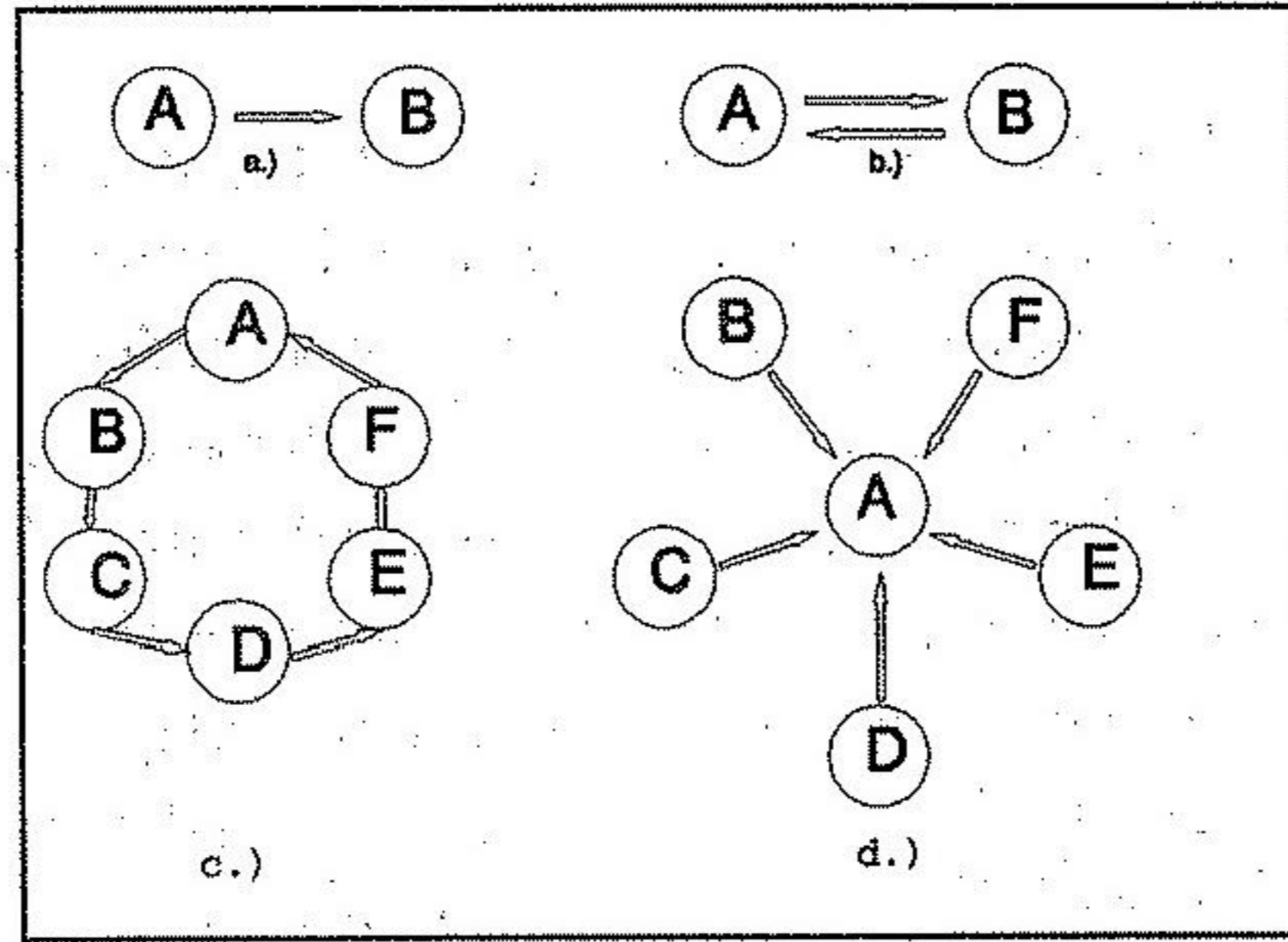
-Karşılaştırma için önerilen başlangıç ve bitiş tarihi

-Sonuç raporunun dağıtım tarihi

Laboratuvarlararası karşılaştırmalar için sunulan bu teklifler tartışılıp, uzman grup tarafından onaylanacaktır [4,6,7].

#### 4. Metroloji Laboratuvarları Arasında Kullanılan Karşılaştırma Ölçüm Çeşitleri

Metroloji alanında faaliyet gösteren laboratuvarlar arasında en çok uygulanan karşılaştırma ölçüm şekilleri şek.1'de gösterilmiştir [1,2].



Şekil 1. Laboratuvarlararası Karşılaştırma Ölçüm Şekilleri

Şekil 1a'da tek taraflı karşılaştırma ölçüm yöntemi görülmektedir. Ulusal seviyede, genellikle akredite laboratuvarların referans standartlarını ulusal referansla karşılaştırması yoluyla gerçekleştirilir.

Uluslararası seviyede ise Ulusal Metroloji Enstitüleri ulusal referanslarını BIPM veya başka ülkenin referansı ile karşılaştırır. Bu tür ölçümler etalonaj olarak da adlandırılmaktadır.

Şekil 1b.'de ise çift taraflı karşılaştırma ölçüm şekli gösterilmiştir. Bu yöntemde ulusal seviyede akredite edilmiş iki laboratuvar, referans standartlarını iki laboratuvarında ölçerek sonuçları karşılaştırırlar. Uluslararası seviyede ise iki laboratuvar ölçülecek fiziksel büyüklüğü muhafaza eden ölçme referans standardı veya kendi referanslarını birbirlerine yollayarak karşılaştırırlar. Genellikle ulusal metroloji enstitüleri aralarında yaptıkları ikili anlaşmalarla kendi referans standartlarını karşılaştırırlar. Bu tip karşılaştırma ölçme şekli uluslararası seviyede, akredite edilmiş laboratuvarlar arasında da gerçekleştirilebilir. Örneğin

Avrupa Topluluğu bünyesinde yer alan akredite edilmiş laboratuvarlar European Accreditation of Laboratories (EAL) bünyesinde belli aralıklarla bu tip karşılaştırma ölçümleri düzenlenmektedir.

Dairesel karşılaştırma ölçümlerinde (şek. 1.c) metrolojik karakteristikleri bilinen bir veya daha fazla ölçme referans standardı, sırasıyla bir laboratuvardan diğerine yollanarak, laboratuvarlar mevcut laboratuvar imkanları ile karşılaştırma ölçümünün konusu olan büyüklüğün metrolojik değerlerini tespit eder. Dairesel karşılaştırma ölçümüne katılan laboratuvarlardan bir tanesi tüm sonuçları değerlendirmek ve karşılaştırma ölçüm sonuç raporu hazırlamak üzere lider seçilir. Bu tip karşılaştırmalı ölçüm şekli, ulusal seviyede akredite laboratuvarlar arasında yapılabildiği gibi uluslararası seviyede birincil seviye metroloji laboratuvarları, akredite metroloji laboratuvarları arasında da yapılabilir (EAL bünyesinde).

Yıldız tipi karşılaştırma ölçümlerinde (şekil 1.d), karşılaştırma ölçümüne katılan laboratuvarlardan bir tanesi karşılaştırma ölçümünü koordine etmektedir. Diğer laboratuvarlar karşılaştırmaya tabi olan fiziksel büyüklüğü veya büyüklükleri muhafaza eden referans standartlarını karşılaştırma ölçümünü koordine eden laboratuvara yollarlar. Karşılaştırma ölçümünü koordine eden laboratuvar kendi referans standardını diğer referans standartlarla karşılaştırır. Bu tip ölçümler genellikle BIPM tarafından düzenlenir. Aynı şekilde akredite laboratuvarların, kendi referanslarını ulusal enstitülerine yollayarak yaptıkları karşılaştırma ölçümleri Yıldız tipi karşılaştırma ölçümü olarak adlandırılır. Ülkemizde katıldığı III.Uluslararası Kütle Karşılaştırma Ölçümleri yıldız tipi bir karşılaştırma ölçümüdür. Bu karşılaştırma ölçümü yaklaşık olarak 3 yıl sürmüştür. Karşılaştırma ölçümleri kısa sürede bitirilmesi gerektiğinden, karşılaştırma ölçümüne katılan laboratuvarlar dairesel ve yıldız tip karşılaştırma şekillerinin karışımı olan bir yöntemde uygulayabilirler. Bu karşılaştırma ölçüm yönteminde ölçmeye tabi olan büyüklük karşılaştırma ölçümüne katılan laboratuvarlardan birkaçını dolaştıktan sonra karşılaştırmayı koordine eden laboratuvara, ölçmeye tabi olan referans yollanır. Ölçüldükten sonra diğer laboratuvarlara gönderilir [2,6,7].

## **5. Karşılaştırma Ölçümüne Katılacak Cihaz veya Ekipmanın Özellikleri**

Karşılaştırma ölçümlerinde kullanılan referans standartların öncelikle taşınabilir özellikte ve kararlı olması gerekmektedir.

Laboratuvarlar bu referans standartlara ek olarak, şahit bir referans standarda sahip olmalıdır. Referans standart karşılaştırma ölçümüne gönderilmeden önce laboratuvarda bulunan şahit referans standart ile karşılaştırılır. Aynı işlem referans standart laboratuvara döndüğünde tekrarlanır. Bu işlem referans standardın karşılaştırmalı ölçüm süresince

kararlılığını gözlemek içindir. Karşılaştırmalı ölçüm süresince ve dönüşünde şahit referans standart ile yapılan karşılaştırmalar neticesinde sonuçlarda büyük farklılıklar gözlenirse tüm karşılaştırmalı ölçüm sonuçları iptal edilir.

Karşılaştırmalı ölçüme katılan laboratuvarlar, ölçüm sonucu ile beraber belirsizlik değerini de vermek mecburiyetindedir. Ancak bu şekilde karşılaştırmalı ölçüm sonucunu değerlendirmek mümkün olabilmektedir. Normalde karşılaştırmalı ölçüm sonucu elde edilen değerlerin birbirine yakın olması ve aralarındaki farkın toplam belirsizlik değerinden küçük olması gerekmektedir. Ancak sonuçların birbirinden farklı olduğu durumlarda vardır. Bu da sistematik bir hatanın varlığını göstermekte ve katılımcı laboratuvarların kullandıkları ölçüm metodu, ölçüm prosedürü ve teçhizatlarını gözden geçirmeleri gerekmektedir. Karşılaştırmalı ölçüm sonuçları, çoğu tutarlı olmalarına rağmen farklı sonuçlar elde edilen karşılaştırmalı ölçümler de olmuştur. Farklılıkların sebebi ise genelde laboratuvarların beyan ettikleri belirsizlik değerlerinde gözlenmiştir.

Karşılaştırma ölçümleri neticesinde metroloji alanında ki gelişmeleride gözlemek mümkün olmaktadır. Örneğin 1950 yıllarında Voltaj konusunda yapılmış olan karşılaştırma ölçümleri sonucunda katılımcı ülkeler arasındaki fark  $33.2 \mu V$  iken 1970 yılındaki fark ise  $2.76 \mu V$  bugün ise  $.5 \mu V$  düzeyindedir [1,2,7].

Karşılaştırma ölçümleri, organizasyon ve teknik açıdan ölçümlerin uzun sürmesi, gecikmeler, taşınma sırasında referansların bozulması gibi çeşitli zorlukları beraberinde getirmektedir.

## 6. Sonuçların Analizi

Ölçüm sonuçlarının değerlendirilmesi için açıklanan belirsizliğe göre  $E_n$  normalize hata hesaplanabilir.

Örneğin;

$$E_n = \frac{(LAB_{sonuç} - Ref. Değer)}{\sqrt{(U_{lab}^2 + U_{ref}^2)}}$$

$U_{lab}$  ve  $U_{ref}$  karşılaşmaya katılan laboratuvarların ve referans laboratuvarın açıkladığı belirsizlik değerleridir.

$E_n$  hata değerleri, laboratuvar ölçüm belirsizliği sınırları içinde olmalıdır [7].

## 7. Sonuç

Sonuç olarak karşılaştırma ölçümlerine katılmak metroloji laboratuvarlarının gerçekleştirdikleri ve muhafaza ettikleri birimlerin doğruluğunu ve güvenilirliğini sağlamasında önemli bir etkidir. Karşılaştırma ölçümleri, periyodik, planlı ve kapsamlı olarak organize edilmelidir. Karşılaştırma ölçümlerinin metodu, yöntemi, ortam koşulları ve mali portresi katılımcılara önceden bildirilmelidir.

## Kaynaklar

- 1) MİLLEA A., " Masurari elektrice principi și metode" Editura Tehnica București 1980.
- 2) MİLLEA A., " Din Lumea Metrologie" Metrologie Aplicata Nr.3 1987.
- 3) BAYTAROĞLU Ş., KESİKOĞLU H., ÖZBAY Ö.H. " Metrolojide Kullanılan Temel ve Genel Terimler Sözlüğü" TÜBİTAK, UME-1994.
- 4) EN 45000 Standards Series
- 5) ISO 9000 Standards Series
- 6) EAL-P4 " Guidance For The Documentation to Monitor The Performance of National Calibration Laboratory Accreditation Bodies and Their Accreditation System " 14-1991.
- 7) EAL-P7 " WECC Interlaboratory Comparisons " 15-1992