

Analitik Sonuçların Metrolojik İzlenebilirliği

Sonuçların karşılaştırılabilir olması için metrolojik izlenebilirliğe ihtiyacımız var.

Bu broşürde metrolojik izlenebilirlik kavramını açıklarız ve bir laboratuvarın sonuçlarının izlenebilirliğini nasıl göstereceğini göstermek isteriz.



19. Yüzyılda izlenebilirlik

Bir zamanlar bir sütçü kız mahalle bakkalından bir kilo un satın alır. Ertesi gün bu bakkala bir kilo tereyağı satmak için döner. Bakkal, sütçü kıza tereyağının 50 gram eksik olduğundan yakınır.

— *Bu çok garip, der sütçü kız, tereyağını tartarken doğru ağırlığı elde etmek için dün bana sattığınız unun kilosunu kullandım!*

Günümüzde izlenebilirlik

İzlenebilirlik, örneğin, bir kişinin ataları veya bir ürünün menşei izleyebilme yeteneğidir. Kelime, Latince tractus = çizilmiş veya fiil olan trahere = çizmek kelimelerine dayandırılabilir.

İzlenebilirlik örnekleme prosedürü, laboratuvar, analist, metot gibi belgelere atıfta bulunabilir, ancak ISO/IEC 17025'te olduğu gibi biz ölçüm sonuçlarının izlenebilirliği ile ilgileniyoruz.

Yani, ölçüm sonuçları, **kullanılan** metrolojik¹ referanslara izlenebilir olmalıdır. Seçici olmak için biz burada **metrolojik izlenebilirlik** kelimelerini kullanıyoruz. Metrolojik **izlenebilirliğin** şu anki VIM² tanımı:

bir ölçüm sonucunun, her biri ölçüm belirsizliğine² katkıda bulunan kalibrasyonlardan oluşan belgelendirilmiş kesintisiz bir zincir aracılığı ile belirli bir referansa ilişkilendirilebilme özelliğidir.

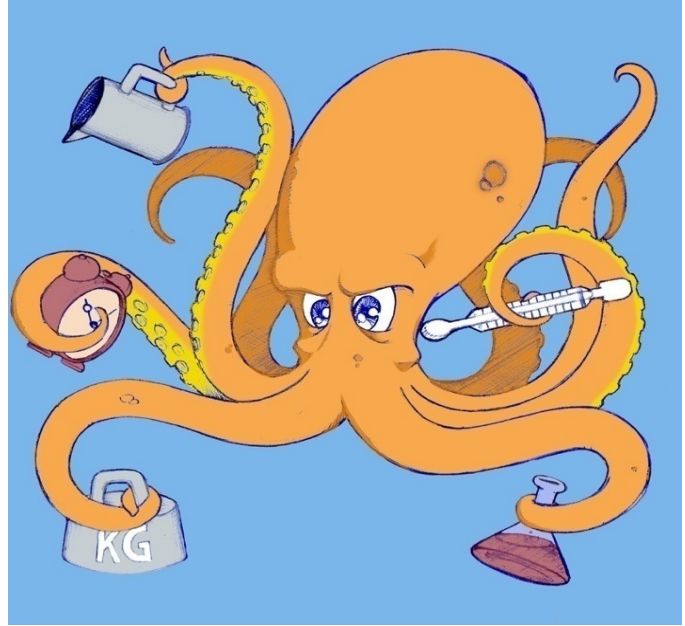
¹Metroloji ölçüm bilimidir

²International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms (VIM 3rd edition) JCGM 200:2012, www.bipm.org

Referanslar

İdeal olarak **referanslar**, SI birimlerinde ifade edilen ulusal ve uluslararası standartların değerleri olmalıdır. İzlenebilirlik **kalibrasyonlar** zinciri, *izlenebilirlik zinciri*, ile gerçekleştirilir. Sıcaklık ve diğer birçok fiziksel büyüklük için ör. kütle ve zaman gibi izlenebilirlik nispeten kolayca kurulur.

Buna ek olarak, kimyada çalışma standartları, saflığı tanımlanmış maddeler, saf maddelerin çözeltileri ve matriks referans malzemelerdir.



Hacim, zaman, kütle, kalibrasyon çözeltileri ve sıcaklık için elde ettiği ölçüm değerlerinin izlenebilirliğini bilmeyen bir "analist".

Sıcaklık örneği - SI'ya izlenebilirlik

Bir numunenin sıcaklığı, **kalibrasyonlar zinciri** yoluyla **referansa**, sıcaklığın 0 °C'deki SI izlenebilirliği sağlanmış değerine izlenebilir.



Örnek - Ton balığında cıva

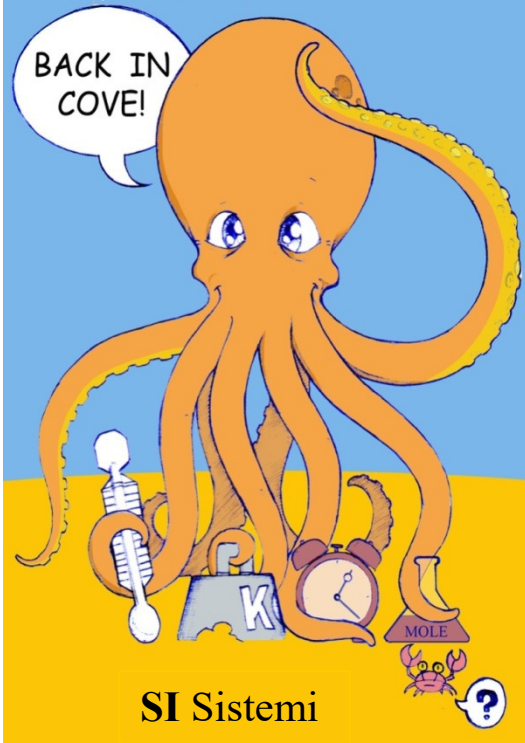
Bir ton balığı örneğinde cıva ölçüm sonucu (kütle kesri) $(4,03 \pm 0,11)$ mg/kg'dır. Sonuç, kuru kütle bazında (ayrı bir numune porsiyonunda $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 12 h kurularak tespit edilmiştir) toplam Hg olarak ve ölçüm belirsizliği %95 güvenilirlik aralığında (kapsam faktörü, $k = 2$) raporlanmıştır. Bu durumda, cıva, mikrodalga parçalama işleminden sonra bir cıva analizörü (soğuk buhar atomik spektroskopisi) ile tayin edilmiştir.

Numuneler, ağırlık ölçümü ile SI kütle birimine (kg) bağlı bir kalibrasyon sertifikasına sahip terazide tartılır.

Asit ile parçalanmış numune, üreticisinin ölçülü balon hacminin izlenebilirliğinin ulusal bir standarda olduğunu belgelendiği bir ölçülü balon kullanılarak seyreltilir.

Kalibrasyon eğrisi, büyüklük değeri sertifikada $(0,998 \pm 0,005)$ mg/L ($k = 2$) olarak belirtilen ve saf cıvaya izlenebilir bir cıva standardı olan SRM (sertifikalı referans malzeme) kullanılarak hazırlanmıştır.

Metot, toplam cıva kütle kesri $(1,97 \pm 0,04)$ mg/kg ($k = 2$) olan uygun bir matris SRM kullanılarak geçerli kılınmıştır. Bu geçerli kılmanın amacı metot performansının kontrolüdür.



Hacim, zaman, kütle, kalibrasyon çözeltisi ve sıcaklık için elde ettiği ölçüm değerlerinin izlenebilirliğini bilen bir "analist".

Çizimler Douglas Hasbun tarafından yapılmıştır.

Laboratuvar metrolojik izlenebilirliği nasıl gösterebilir?

Laboratuvarın cıva sonucunun izlenebilirliğini göstermesi için gerekli kanıt aşağıda verilmiştir:

1. **cıva çözeltisinin derişimi – bir SRM çözeltisinin sertifikası**
2. numunenin kütlesi – terazinin kalibrasyon sertifikası
3. ölçülü balonun hacmi – üreticinin kalibrasyon sertifikası
4. kurutma sıcaklığı – etüv sıcaklığının kalibrasyonu
5. parçalama şartları – kalibrasyon, ör sıcaklık
6. kurutma süresi – sıradan saat veya kronometre

1. madde, kalibrasyon standardının kalitesi ve izlenebilirliğinin sağlanması için özel dikkat gerektirecektir.

2, 3 ve 6 numaralı maddelerdeki izlenebilirlikler, yeterli belirsizliğe sahip ticari ekipmanlar kullanılarak kolaylıkla sağlanabilir.

4 ve 5 numaralı maddeler laboratuvarın daha dikkatli olmasını gerektirir.

Metodun geçerli kılınmasında matris SRM kullanımı hayati derecede önemli, fakat kalibrasyon için kullanılmadığından izlenebilirlik zincirinin bir parçası değildir. Bu SRM geri kazanım düzeltmesi için kullanılırsa izlenebilirliğin bir parçası olmalıdır.

Ölçüm kalitesi

- Metodun **geçerli kılınması**, bu laboratuvarında belirli bir zamanda kullanılan metodun (koşullar kümesi) amaca uygun olduğunu ve tüm önemli etkilerin tanımlandığını gösterir.
- Kritik ekipmanların kalibrasyonu, metrolojik **izlenebilirlik** zincirlerini tamamlar.
- **Ölçüm belirsizliği** metodun geçerli kılınması ve izlenebilirlikten tahmin edilir.
- **Kalite kontrol** (iç ve dış), ölçüm sonuçlarının (belirsizliği ile birlikte) geçerli kılma sırasında olduğu gibi aynı kalitede olduğunu güvence altına alır.

Sonuç

Bir ölçüm sonucunun izlenebilirliği, VIM tarafından tanımlanan **metrolojik izlenebilirliği** ifade eder. Sonuç ile SI birimleri veya üzerinde uzlaşılan diğer standartlar/referanslar arasında ilişki kurar.

Analitik sonuçların karşılaştırılabilirliği için izlenebilirlik esastır ve ISO/IEC 17025'in bir gerekliliğidir. İzlenebilirlik, iyi laboratuvar uygulamasının takibiyle kolayca sağlanır.

Daha fazla bilgi

1. Eurachem/CITAC guide on Traceability www.eurachem.com.
2. Meeting the Traceability Requirements of ISO17025, 3rd Ed, V. Barwick, S. Wood (Eds), 2005, LGC www.lgcgroup.com/nml