

	TKİ KURUMU GENEL MÜDÜRLÜĞÜ LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ	KOD YÜRÜRLÜK TARİHİ REVİZYON NO REVİZYON TARİHİ SAYFA NO	YT-RP-01 02.01.2019 00
	LAK RAPORU		
			1 / 34

KÖMÜR ANALİZLERİ

LABORATUVARLAR ARASI

KARŞILAŞTIRMA TESTİ

RAPORU

TKİ-LAK-2023

TÜRKİYE KÖMÜR İŞLETMELERİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ

PAZARLAMA ve SATIŞ DAİRESİ BAŞKANLIĞI

LABORATUVAR MÜDÜRLÜĞÜ

Hipodrom Cad. No:12 Yenimahalle/ANKARA 06560

Tel:(+90) 312 540 10 00 Fax:(+90) 312 384 16 35

www.tki.gov.tr

GENEL BİLGİLER

YT Çevrim Adı	Kömür Analizleri Yeterlilik Testi
YT Çevrim Kodu	TKİ-LAK-2023
Numune Gönderim Tarihi	01.08.2023
Katılımcı Sonuç Son Bildirim Tarihi	30.09.2023
Rapor Tarihi	30.11.2023
Numunenin Hazırlanması ve Homojenizasyon İşlemleri	R. Mert AKŞAR
Verilerin İstatistiksel Değerlendirilmesi	Ahmet OLGUN / Nazlı ŞENER
Raporu Hazırlayan(lar)	Nazlı ŞENER
YT Program Koordinatörü	Nazlı ŞENER
RAPORU ONAYLAYAN	
 Barış SARİKAYA Pazarlama ve Satış Dairesi Başkanı	

İÇİNDEKİLER

ÖZET	4
Tablo 1. Kömür Analizleri Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti	4
GİRİŞ	5
GİZLİLİK.....	5
TEST METERYALI.....	6
Hazırlama.....	6
Homojenlik	6
Dağıtım	6
Tablo 2. Homojenlik Testi Verileri ve İstatistiksel Değerlendirme.....	7
Test Sırasında Uygulanacak Metodlar.....	9
SONUÇLAR	9
Tablo 3. Laboratuvar Analiz Sonuçları ve Metodlar	10
SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ	13
Atanmış Değer Belirsizliği	14
Performans Değerlendirmesi	14
Tablo 4. Katılımcı Sonuçları ve Z-Skorları	16
GÖZLEMLER.....	36

ÖZET

TKİ Laboratuvar Müdürlüğü tarafından düzenlenen TKİ-LAK-2023 kodlu Kömür Analizleri Yeterlilik Testi organizasyonunda TS EN ISO/IEC 17043 “Yeterlilik Testleri için Genel Şartlar” Standardı esas alınmıştır;

- Çevrim için başvuruda bulunan katılımcılara, 01.08.2023 tarihinde analizlerini gerçekleştirmek üzere test materyali (kömür numunesi) gönderilmiştir.
- Katılımcı analiz sonuçları, ‘Yeterlilik Testi Analiz Sonuç Bildirim Formu’ ile toplanmış ve 54 katılımcı analiz sonucu bildirilmiştir.
- ISO 13528 Standardına uygun olarak, atanmış değer (Xpt), katılımcılar tarafından bildirilen sonuçlar üzerinden uygun istatiksel yöntemler ile belirlenmiştir. Yeterlilik testinde her katılımcı tarafından gönderilen sonuçlar için standart sapma ile birlikte z-skoru hesaplanmıştır.
- Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti **Tablo 1**’de verilmektedir.

Tablo 1. Kömür Analizleri Yeterlilik Testi Sonuçları Özeti

	KÜL %	ÜST İSİL DEĞER cal/g	ALT İSİL DEĞER cal/g	TOPLAM KÜKÜRT %	UÇUCU MADDE %	KARBON %	HİDROJEN %	AZOT %	GERÇEK YOĞUNLUK g/cm ³	OKSİJEN %
Lab Sayısı	66	66	66	66	66	66	66	66	66	66
Sonuç Sayısı	57	52	53	52	51	28	21	13	4	8
 z ≤ 2	52	52	51	47	46	22	20	11	4	7
2 < z < 3	1	0	1	1	3	3	1	2	0	0
 z ≥ 3	4	0	1	4	2	3	0	0	0	1
Değer Göndermeyen	9	14	13	14	15	38	45	53	62	58

GİRİŞ

Yeterlilik testleri “TS EN ISO/IEC 17043 Uygunluk Değerlendirmesi-Yeterlilik Deneyi İçin Genel Şartlar” standardında laboratuvarlar arası karşılaştırma yoluyla önceden ortaya konmuş ölçütlerde göre katılımcının performansının değerlendirilmesi olarak tanımlanmaktadır. Yeterlilik testleri, katılımcı laboratuvarların yetkinliğinin bağımsız bir şekilde değerlendirilmesini amaçlamaktadır. Geçerliliği sağlanmış metodlarla ve iç kalite kontrol unsurları ile birlikte kullanıldıklarında yeterlilik testleri laboratuvar kalite güvencesinin vazgeçilmez bir unsurudur.

Yeterlilik testi sonuçları, bir dış kalite kontrol aracı olarak laboratuvarların deney sonuçlarının kalitesinin güvencesinin teminine olanak sağlarken; rutin analizlerin tarafsız olarak değerlendirilmesini ve çalışmaların teknik gelişimini teşvik eder, geri bildirimlerin elde edilmesine imkan tanır.

Laboratuvarların “TS EN ISO/IEC 17025: Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliği İçin Genel Şartlar Standardı” kapsamında akredite edilmesi için ilgili standardın 3.3. ve 3.5. Maddesi gereğince laboratuvar performansının kontrolü amacı ile farklı yöntemlerle kalite kontrol çalışmaları yapılması gerekmektedir. Bu çalışmalardan da dış kalite kontrol uygulaması olarak Yeterlilik Testleri veya Laboratuvarlar Arası Karşılaştırma Çalışmalarına katılma zorunluluğu bulunmaktadır. Laboratuvar akreditasyonu sırasında laboratuvarın yeterlilik testlerinden elde ettiği sonuçlar, laboratuvarın yeterliliğinin değerlendirilmesinde objektif ve en önemli kayıtlardır.

TKİ Genel Müdürlüğü Pazarlama ve Satış Dairesi Başkanlığı Laboratuvar Müdürlüğü, özellikle ülkemiz kömür deney laboratuvarlarının yeterlilik deneyi ihtiyaçlarına cevap verebilmek amacıyla 2008 yılından başlayarak karşılaştırma deneyleri düzenlenmektedir.

GİZLİLİK

Gizlilik ilkesi doğrultusunda katılımcılar ve sonuçları ile ilgili bilgiler hiçbir koşul altında üçüncü taraflarla paylaşılmamaktadır.

Çalışma sonuçlarının takibi için her bir laboratuvara ayrı bir numara verilmiştir. Sonuç raporunda her laboratuvar sadece kendisinin bildiği bu numara ile tanımlanmış ve sonuçlar laboratuvar numaraları ile raporlanmıştır.

TEST METERYALİ

Kömür Analizleri Yeterlilik Testi kapsamında katılımcılara gönderilen numuneler, ÇAN Linyitleri İşletmesi (ÇLİ) Laboratuvar Şube Müdürlüğü tarafından Çan linyit kömürlerinden alınmış, EGE Linyitleri İşletmesi (ELİ) Laboratuvar Şube Müdürlüğü tarafından hazırlanmış, test numunelerinin homojenlik testleri ve test numunelerinin dağıtıımı ise TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ tarafından yapılmıştır.

Hazırlama

Yeterlilik test materyalinin (YTM) hazırlanması amacıyla temin edilen kömür numunesi, çeneli kırıcı kullanılarak -4 mm'ye kadar kırılmıştır. Akabinde numuneler sabit tartıma gelene kadar 40°C'de kurutularak, sadece bünye nemi içerecek şekilde hazırlanmıştır. Daha sonra -4 mm malzeme, halkalı öğütücüde öğütülmüş ardından 250 µm elektrot geçirilmiş, karıştırılarak homojen hale getirilmiştir. Son olarak yeterlilik test materyali, her biri yaklaşık 100 gram olacak şekilde kaplara aktarılarak etiketlenmiş ve kaplar sıra ile numaralandırılmıştır.

Homojenlik

Homojenliğin doğrulanması için, bilgisayar ortamında oluşturulan rastgele sayılarla göre numaralandırılmış kaplardan seçilerek tekrarlanabilirlik koşulları altında aynı gün, aynı operatör ve aynı cihazda, bağımsız şekilde çift tekrarlı analiz yapılmıştır. Homojenlik, COCHRAN Test Prosedürü, ISO GUİDE 35 ve ISO 13528'de tanımlanan istatistiksel yöntemlere göre değerlendirilmiş, Cochran Test prosedürüne göre raporlanmıştır.

Homojenliğe ait özet bilgi **Tablo 2'** de verilmektedir.

Dağıtım

Numune saklama koşullarında ($22 \pm 2 ^\circ\text{C}$ 'da), ağızı sızdırmaz kapaklı plastik şişelerde, kömür yeterlilik test materyali 01.08.2023 tarihinde 66 laboratuvara aynı anda TKİ Genel Müdürlüğü tarafından kargo ile gönderilmiştir. Aynı zamanda tüm katılımcı laboratuvarlara, içeriğinde sadece kendilerine ait “**LABORATUVAR KODU**”, “**KATILIMCI BİLGİLENDİRME FORMU**”, “**SORUN BİLDİRİM FORMU**” ve “**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**” nun bulunduğu resmi yazı gönderilmiştir.

Tablo 2. Homojenlik Testi Verileri ve İstatistiksel Değerlendirme

Örnekler arası standart sapma $\leq 0,3 \times \sigma$ olmalıdır.

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023					
PARAMETRE:		KÜL%			
ÖRNEK NO.	TEST 1	TEST 2	ÖRNEK ORTALAMASI	ARALIK	ARALIĞIN KARESİ
1	14,82	14,82	14,82	0,00	0,000000
2	14,80	14,81	14,81	0,01	0,000035
3	14,92	14,95	14,93	0,03	0,000978
4	14,71	14,72	14,72	0,01	0,000057
5	14,80	14,80	14,80	0,00	0,000000
GENEL ORTALAMA		14,82			
STANDART SAPMA		0,078			
ÖRNEK İÇİ STANDART SAPMA		0,010			
ÖRNEKLER ARASI STANDART SAPMA		0,000			

σ_{pt} 0,26
 $0,3 \times \sigma_{\text{pt}}$ 0,078

Örnekler arası standart sapma $\leq 0,3 \times \sigma_{\text{pt}}$ olduğu için örnekler homojendir.

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023					
PARAMETRE:		ÜST ISİL DEĞER cal/g			
ÖRNEK NO.	TEST 1	TEST 2	ÖRNEK ORTALAMASI	ARALIK	ARALIĞIN KARESİ
1	5516,943164	5520	5518	3,06	9,34
2	5477,848498	5480	5479	2,15	4,63
3	5523,587999	5527	5525	3,41	11,64
4	5528	5530	5529	2,39	5,73
5	5524,031631	5527	5526	2,97	8,81
GENEL ORTALAMA		5515			
STANDART SAPMA		21			
ÖRNEK İÇİ STANDART SAPMA		2			
ÖRNEKLER ARASI STANDART SAPMA		0			

σ_{pt} 81,17
 $0,3 \times \sigma_{\text{pt}}$ 24,351

Örnekler arası standart sapma $\leq 0,3 \times \sigma_{\text{pt}}$ olduğu için örnekler homojendir.

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023					
PARAMETRE:		KÜKÜRT%			
ÖRNEK NO.	TEST 1	TEST 2	ÖRNEK ORTALAMASI	ARALIK	ARALIĞIN KARESİ
1	7,34	7,34	7,34	0,00	0,0000
2	7,35	7,35	7,35	0,00	0
3	7,34	7,33	7,34	0,01	0,0001
4	7,37	7,36	7,37	0,01	0
5	7,36	7,35	7,36	0,01	0,0001
GENEL ORTALAMA		7,35			
STANDART SAPMA		0,012			
ÖRNEK İÇİ STANDART SAPMA		0,01			
ÖRNEKLER ARASI STANDART SAPMA		0,000			

σ_{pt} 0,647
 $0,3 \times \sigma_{\text{pt}}$ 0,194

Örnekler arası standart sapma $\leq 0,3 \times \sigma_{\text{pt}}$ olduğu için örnekler homojendir.

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023					
PARAMETRE: UÇUCU MADDE%					
ÖRNEK NO.	TEST 1	TEST 2	ÖRNEK ORTALAMASI	ARALIK	ARALIĞIN KARESİ
1	41,57	41,57	41,57	0,00	0,0000
2	42,07	42,05	42,06	0,02	0,0006
3	41,75	41,76	41,76	0,01	0,0001
4	41,69	41,72	41,70	0,03	0,0012
5	41,96	41,95	41,96	0,01	0,00
GENEL ORTALAMA			41,81		
STANDART SAPMA			0,197		
ÖRNEK İÇİ STANDART SAPMA			0,01		
ÖRNEKLER ARASI STANDART SAPMA			0,000		

σ_{pt} 1,67
 $0,3 \times \sigma_{pt}$ 0,501

Örnekler arası standart sapma $\leq 0,3 \times \sigma_{pt}$ olduğu için örnekler homojendir.

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023					
PARAMETRE: KARBON%					
ÖRNEK NO.	TEST 1	TEST 2	ÖRNEK ORTALAMASI	ARALIK	ARALIĞIN KARESİ
1	56,32	56,32	56,32	0,00	0,0000
2	56,53	56,53	56,53	0,00	0,0000
3	56,71	56,72	56,72	0,01	0,0000
4	56,71	56,70	56,70	0,01	0,0001
5	56,31	56,30	56,31	0,01	0,0001
GENEL ORTALAMA			56,52		
STANDART SAPMA			0,199		
ÖRNEK İÇİ STANDART SAPMA			0,01		
ÖRNEKLER ARASI STANDART SAPMA			0,000		

σ_{pt} 0,92
 $0,3 \times \sigma_{pt}$ 0,276

Örnekler arası standart sapma $\leq 0,3 \times \sigma_{pt}$ olduğu için örnekler homojendir.

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023					
PARAMETRE: HİDROJEN%					
ÖRNEK NO.	TEST 1	TEST 2	ÖRNEK ORTALAMASI	ARALIK	ARALIĞIN KARESİ
1	4,44	4,45	4,44	0,01	0,0002
2	4,46	4,43	4,45	0	0
3	4,49	4,48	4,49	0	0
4	4,45	4,46	4,45	0,01	0,0002
5	4,42	4,40	4,41	0,02	0,0004
GENEL ORTALAMA			4,45		
STANDART SAPMA			0,027		
ÖRNEK İÇİ STANDART SAPMA			0,01		
ÖRNEKLER ARASI STANDART SAPMA			0,000		

σ_{pt} 0,23
 $0,3 \times \sigma_{pt}$ 0,070

Örnekler arası standart sapma $\leq 0,3 \times \sigma_{pt}$ olduğu için örnekler homojendir.

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023					
PARAMETRE: AZOT%					
ÖRNEK NO.	TEST 1	TEST 2	ÖRNEK ORTALAMASI	ARALIK	ARALIĞIN KARESİ
1	1,30	1,32	1,31	0,02	0,0006
2	1,35	1,35	1,35	0,00	0,0000
3	1,34	1,36	1,35	0,02	0,0003
4	1,26	1,25	1,26	0,01	0,0002
5	1,34	1,34	1,34	0,00	0,0000
GENEL ORTALAMA			1,32		
STANDART SAPMA			0,040		
ÖRNEK İÇİ STANDART SAPMA			0,01		
ÖRNEKLER ARASI STANDART SAPMA			0,000		

σ_{pt} 0,14
 $0,3 \times \sigma_{pt}$ 0,043

Örnekler arası standart sapma $\leq 0,3 \times \sigma_{pt}$ olduğu için örnekler homojendir.

Test Sırasında Uygulanacak Metotlar

Katılımcılara test metodu olarak, rutin analizlerinde uyguladıkları rutin test metotlarını kullanmaları önerilmiştir.

SONUÇLAR

Katılımcı laboratuvarlar tarafından sonuçlar, 30.09.2023 tarihine kadar resmi yazı, e-posta ya da kargo yolu ile TKİ'ye gönderilmiştir. Öncelikle katılımcı sonuçları kullanılarak yeterlilik testi numunesinde atanmış değerler belirlenmiştir.

Katılımcılardan YT materyalinde bulunan sonuçları ‘**YETERLİLİK TESTİ ANALİZ SONUÇ BİLDİRİM FORMU**’ na kaydetmeleri istenmiştir. Başvuruda bulunan 66 katılımcının 54’ü tarafından form iletilmiştir. Laboratuvarlardan gelen analiz sonuçları **Tablo 3**’de verilmiştir.

Tablo 3. Laboratuvar Analiz Sonuçları ve Metodlar

LAB NO	KÜL %		ÜST ISİL DEĞER (cal/g)		ALT ISİL DEĞER (cal/g)		TOPLAM KÜKÜRT %		ÜCUCU MADDE %		KARBON %		HİDROJEN %		AZOT %		OKSİJEN %		GERÇEK YÖĞÜNLÜK g/cm ³		
	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz
1	15,29	ASTM D 7582	5483	ASTM D 5865	5261	ASTM D 5865	7,49	ASTM D 4239	43,96	ASTM D 7582	56,65	ASTM D 5373	4,73	ASTM D 5373	1,38	ASTM D 5373	14,47	ASTM D 3176			
2	15,31	ASTM D 7582	5650	ASTM D 5865	5423	ASTM D 5865	8,69	ASTM D 4239	41,06	ASTM D 7582											
3	15,17	ASTM D 3174	5616	ASTM D 5865	5389	ASTM D 5865	7,73	ASTM D 4239	41,31	ASTM D 3175											
4	15,26	ASTM D 7582	5458	ASTM D 5865	5243	TS EN ISO 1928	7,90	ASTM D 4239	42,86	ASTM D 7582											
5	15,17	ASTM D 7582						7,45	ASTM D 4239	42,19	ASTM D 7582										
6	15,15	ASTM D 3174	5556	ASTM D 5865	5347	TS ISO 1928	7,94	ASTM D 4239	40,38	ASTM D 3175	57,90	ASTM D 5373	4,25	TS ISO 1928							
7	15,03	ASTM D 7582	5555	ASTM D 5865	5329	ASTM D 5865	8,10	ASTM D 4239	36,73	ASTM D 7582	46,74	ASTM D 5373	4,33	ASTM D 5373	1,65	ASTM D 5373					
8	15,20	ASTM D 3174	5592	ASTM D 5865	5363	ASTM D 5865	7,62	ASTM D 4239	42,16	ASTM D 3175											
9	14,80	ASTM D 3174	5407	ASTM D 5865	5155	ASTM D 5865	6,78	ASTM D 4239	50,40	ASTM D 3175	57,10	-	4,84	TS ISO 1928 SEYLER FORMÜLÜ							
10	15,49	ASTM D 3174	5436	ASTM D 5865	5225	TS ISO 1928	7,95	ASTM D 4239	42,12	ASTM D 3175											
11	14,88	ASTM D 3174	5528	ASTM D 5865	5307	ASTM D 5865	7,23	ASTM D 4239	40,76	ASTM D 3175	52,75	ASTM D 5373									
12	14,90	ASTM D 7582	5604	ASTM D 5865	5399	ASTM D 5865	9,68	ASTM D 4239	38,95	ASTM D 7582											
13	15,38	ASTM D 3174	5646	ASTM D 5865	5426	TS ISO 1928	8,00	ASTM D 4239	42,61	ASTM D 3175	57,01	ASTM D 5373	4,47	ASTM D 3176	1,07	SM 4500 Norg. 13	14,08	ASTM D 3176	1,62	TS ISO 5072	
14	15,39	ASTM D 3174	5577	ASTM D 5865	5364	TS ISO 1928	7,88	ASTM D 4239	41,49	ASTM D 3175	57,35	ASTM D 5373									
15	15,17	ISO 1171	5550	ASTM D 5865	5338	ISO 1928	7,74	ASTM D 4239	41,34	ISO 562	55,93	ASTM D 5373	4,13	ASTM D 5373	1,29	ASTM D 5373	15,73	HESAPLAMA			
16	15,11	ASTM D 7582																			
17	15,22	TS ISO 1171	5702	ASTM D 5865	5490	TS ISO 1928	7,51	ASTM D 3177	39,80	TS 711 ISO 562	60,02	HESAPLAMA	4,31	İŞLETME İÇİ METOT							
18	15,10	ASTM D 3174	5678	ASTM D 5865	5480	ISO 1928	7,70	ASTM D 4239	42,44	ASTM D 3175	58,82	ASTM D 5373	4,02	ASTM D 5373	1,37	ASTM D 5373			1,65	ASTM D 5550	
19	15,16	ASTM D 7582	5564	ISO 1928	5304	ISO 1928															
20	15,00	ASTM D 7582	5782	ASTM D 5865	5576	ASTM D 5865	7,82	ASTM D 4239	41,20	ASTM D 7582	43,29	ASTM D 5373	3,99	ASTM D 5373	1,64	ASTM D 5373	28,26	ASTM D 3176			

LAB NO	KÜL %		ÜST ISİL DEĞER (cal/g)		ALT ISİL DEĞER (cal/g)		TOPLAM KÜKÜRT %		UÇUCU MADDE %		KARBON %		HİDROJEN %		AZOT %		OKSİJEN %		GERÇEK YÖĞÜNLUK g/cm ³		
	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	
24	15,20	TS ISO 1171	5582	TS ISO 1928	5368	TS ISO 1928	7,70	ASTM D 4239	41,55	TS ISO 562	58,58	ASTM D 5373	4,04	ASTM D 5373	1,36	ASTM D 5373				1,62	TS ISO 5072
26	15,15	ASTM D 3174	5568	ASTM D 5865	5347	ASTM D 5865	7,20	ASTM D 4239	42,98	ASTM D 3175											
27	13,87	TS EN 15935	5441	TS ISO 1928 TS CEN/ TS 16023	5048	TS ISO 1928 TS CEN/ TS 16023	7,12	ASTM D 4239			73,74	TS ISO 10694/ BS EN 13137							1,30	TS ISO 13878	
28	15,25	ASTM D 7582	5588	ASTM D 5865	5286	ASTM D 5865	7,28	ASTM D 4239	41,49	ASTM D 7582	57,06	ASTM D 5373	4,40	ASTM D 5373	1,21	ASTM D 5373	14,80	-			
29	15,05	ASTM D 3174	5772	ASTM D 5865	5535	ASTM D 5865															
30	15,30	TS ISO 1171+Tech Cor 1	5784	TS ISO 1928	5557	TS ISO 1928	7,44	ASTM D 4239	44,15	TS 711 ISO 562	56,60	-									
33	15,06	ASTM D 7582			5397	TS ISO 1928															
34	15,19	ASTM D 3174	5683	ASTM D 5865	5474	ASTM D 5865	7,08	ASTM D 4239	41,84	ASTM D 7582											
35	15,39	ASTM D 3174	5722	ASTM D 5865	5486	ASTM D 5865	7,55	ASTM D 4239	41,83	ASTM D 3175	58,90	ASTM D 5373	4,13	ASTM D 5373	1,37	ASTM D 5373	11,56	ASTM D 3176			
36	14,62	ASTM D 3174	5580	ASTM D 5865	5311	ASTM D 5865															
37	15,29	TS ISO 1171	5654	TS ISO 1928	5440	TS ISO 1928	8,06	ASTM D 4239	40,62	TS 711 ISO 562											
38	15,08	ASTM D 3174	5636	ASTM D 5865	5416	TS ISO 1928	7,63	ASTM D 4239	42,60	ASTM D 3175	52,66	ASTM D 5373									
39	15,17	ASTM D 3174	5480	ASTM D 5865	5244	ASTM D 5865	7,72	ASTM D 4239	43,40	ASTM D 3175											
41a	15,26	TS ISO 1171							7,44	ISO 334	42,81	TS 711 ISO 562	56,60	ASTM D 5373	4,58	TS ISO 1928 SEYLER					
41b	15,37	ASTM D 3174	5699	ASTM D 5865	5476	TS ISO 1928	7,51	ASTM D 4239	42,42	ASTM D 3175	55,98	ASTM D 7582	4,46	ASTM D 5373							
41c	15,28	ASTM D 7582									42,38	ASTM D 7582									
42	15,24	ASTM D 3174	5689	ASTM D 5865	5448	ISO 1928					43,39	ASTM D 3175									
43	15,12	ASTM D 3174	5462	ASTM D 5865	5226	TS ISO 1928	7,16	ASTM D 3177													
44	14,79	ASTM D 3174							8,14	ASTM D 4239	41,13	ASTM D 3175	56,80	ASTM D 7582							

LAB NO	KÜL %		ÜST İSİL DEĞER (cal/g)		ALT İSİL DEĞER (cal/g)		TOPLAM KİKÜRT %		UÇUCU MADDE %		KARBON %		HİDROJEN %		AZOT %		OKSİJEN %		GERÇEK YOGUNLUK g/cm ³		
	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz	Metod	Kuru Baz
45					5355	ASTM D 5865															1,55
46	15,04	ASTM D 7582	5567	ASTM D 5865	5351	ISO 1928	7,79	ASTM D 4239	42,55	ASTM D 7582	57,87	ASTM D 5373	4,40	ISO 1928							
48	15,32	ASTM D 3174	5626	ASTM D 5865	5410	TS ISO 1928	7,70	ASTM D 4239	41,59	ASTM D 3175	57,10	ASTM D 5373									
49	15,15	ISO 1171	5612	ASTM D 5865	5398	ISO 1928	7,76	ASTM D 4239	41,29	ISO 562	58,40	ASTM D 5373									
50	15,25	ASTM D 3174	5676	ASTM D 5865	5440	ASTM D 5865	5,67	ASTM D 3177	44,28	ASTM D 3175											
51a	15,16	ASTM D 7582	5773	ASTM D 5865	5561	ISO 1928	7,87	ASTM D 4239	44,81	ASTM D 7582	57,10	ASTM D 5373	4,30	ASTM D 5373	1,21	ASTM D 5373	14,36	HESAPAMA			
51b	15,49	ASTM D 3174	5587	ASTM D 5865	5375	ISO 1928	7,90	ISO 334	44,77	ASTM D 3175											
52	14,97	ASTM D 7582	5558	ASTM D 5865	5321	ASTM D 5865	5,64	TS ISO 334	40,65	ASTM D 7582											
53	15,10	ASTM D 3174	5670	ASTM D 5865	5424	ASTM D 5865	7,65	ISO 20336													
54	15,07	TS ISO 1171+TECH COR 1	5761	TS ISO 1928	5574	TS ISO 1928	6,78	TS 363	43,11	TS 711 ISO 562											
55	14,13	ASTM D 3174	5448	ASTM D 5865	5246	ISO 1928	7,74	ASTM D 4239	40,81	ASTM D 3175	58,43	ASTM D 3178	4,13	ASTM D 3178							
57	14,89	ASTM D 7582	5591	ASTM D 5865	5376	ASTM D 5865	8,18	ASTM D 4239	39,06	ASTM D 7582	61,20	ASTM D 4239	4,17	SEYLER FORMÜLÜ							
58			5695	ASTM D 5865				7,00	ASTM D 4239												
60	14,52	TS ISO 1171	5640	TS ISO 1928	5421	TS ISO 1928	7,06	TS 363	42,72	TS 711 ISO 562											
61	15,85	TS ISO 1171	5589	TS ISO 1928	5361	TS ISO 1928	7,42	TS ISO 334	45,46	TS ISO 562											
62	15,32	ASTM D 3174	5658	TS ISO 1928	5420	TS ISO 1928	7,63	ISO 334	42,37	ASTM D 3175											
63	15,06	TS ISO 1171	5742	TS ISO 1928	5523	TS ISO 1928	7,69	ISO 334	41,27	TS 711 ISO 562											
64	14,97	-	5717	-	5513	-	7,30	-	44,01	-											
65	15,18	ASTM D 3174	5578	ASTM D 5865	5360	TS ISO 1928	8,02	ASTM D 4239	42,83	ASTM D 3175											
66	15,27	ASTM D 3174	5638	ASTM D 5865	5410	TS ISO 1928	7,91	ASTM D 4239	41,40	ASTM D 3175											

SONUÇLARIN İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMESİ

YT programında farklı deney yöntemleriyle elde edilen sonuçlar için ayrıca değerlendirme yapılmamıştır. Sonuçların istatistiksel değerlendirmesi yapılırken TS ISO 13528' de belirtilen Robust (Algoritma A) yöntemi uygulanmıştır. Yöntem uygulanırken değeri ne olursa olsun sonuçlar elenmeyeip olduğu gibi kullanılmış, ancak uç değerlerin etkisi yöntem yardımıyla azaltılarak atanmış değer belirlenmiştir. Uygulama sürecinde aşağıdaki adımlar izlenmiştir:

Katılımcılara ait p adet veri (teslim edilen sonuçlar) en küçükten en büyüğe artan şekilde aşağıdaki gibi sıralanmıştır:

$$x_1, x_2, \dots, x_p$$

Bu verilere ait robust ortalama x^* ve robust standart sapma s^* öncül değerleri aşağıdaki gibi hesaplanmıştır:

$$x^* = \text{medyan } x_i \quad (i=1,2,\dots,p)$$

$$s^* = 1,483 \text{ medyan } |x_i - x^*| \quad (i=1,2,\dots,p)$$

Bu öncül değerler hesaplandıktan sonra aşağıdaki formüller kullanılarak robust ortalama (x^*) ve robust standart sapma (s^*) yükseltilmiş değerleri hesaplanmıştır:

$$\delta = 1,5 s^*$$

hesaplanmış ve bu değer kullanılarak her bir x_i ($i = 1, 2, \dots, p$) değeri için yeniden aşağıdaki gibi x_i^* değerleri hesaplanmıştır:

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \delta, & \text{eğer } x_i < x^* - \delta \\ x^* + \delta, & \text{eğer } x_i > x^* + \delta \\ x_i, & \text{yoksa} \end{cases}$$

Bu yeni değerler kullanılarak yeni robust ortalama (x^*) ve robust standart sapma (s^*) aşağıdaki gibi hesaplanmıştır:

$$\begin{aligned} \boldsymbol{x^*} &= \sum \boldsymbol{x_i^* / p} \\ s^* &= 1,134 \sqrt{\sum (x_i^* - x^*)^2 / (p - 1)} \end{aligned}$$

Bu son belirlenen değerlere, yakınsama olana kadar iteratif (yinelemeli) hesaplama yöntemi uygulanır ve her iki değerde de üçüncü anlamlı rakamda, bir yinelemeden diğerine değişiklik olmadığı anda yakınsama gerçekleşmiş kabul edilmiştir.

Bu işlemler sonucu elde edilen robust ortalama (x^*), YT programının atanmış değeri; robust standart sapma (s^*), YT programının standart sapması (YTSS) ise (σ_{pt}) olarak kullanılmıştır.

Atanmış Değer Belirsizliği

YT Programının atanmış değerlerine ait standart belirsizlik aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır (TS ISO 13528):

$$u(x_{pt}) = 1,25 \times \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

Performans Değerlendirmesi

YT Programının sonunda katılımcıların performanslarının değerlendirilmesinde istatistiksel yöntem olarak z-skoru ya da z'-skoru (atanmış değer belirsizliğinin ihmali edilemediği durumlar için) kullanılmıştır.

Sonuçların z-skor yöntemiyle değerlendirilebilmesi için YT programının atanmış değerinin standart belirsizliğinin $u(x_{pt})$, aşağıdaki eşitsizliği sağlaması ve dolayısıyla da ihmali edilebilir boyutta olması gerekmektedir:

$$u(x_{pt}) < 0,3\sigma_{pt}$$

Bu eşitsizliğin sağlandığı durumlar için aşağıdaki formülden her bir katılımcı sonucu (x) için z-skor değeri hesaplanmıştır:

$$z = \frac{x_i - x_{pt}}{\sigma_{pt}}$$

x_i : katılımcı tarafından raporlanan ölçümlü sonucu

x_{pt} : atanmış değer

σ_{pt} : yetenek standart sapması

Eğer yukarıdaki eşitsizlik sağlanmazsa, atanmış değere ait belirsizliğin ihmali edilemeyecek boyutta olduğu anlamına gelip *z-skor* yerine aşağıda formülü verilmiş *z'-skor* değerleri kullanılarak performans hesaplanır:

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}$$

Aşağıda verilen ölçütlerde göre z-skor ya da z'-skor değerlendirilerek katılımcı laboratuvarlarının söz konusu YT turunda gösterdikleri performanslar hakkında şu yorumlarda bulunulabilir:

$|z| \leq 2$ Uygun sonuç

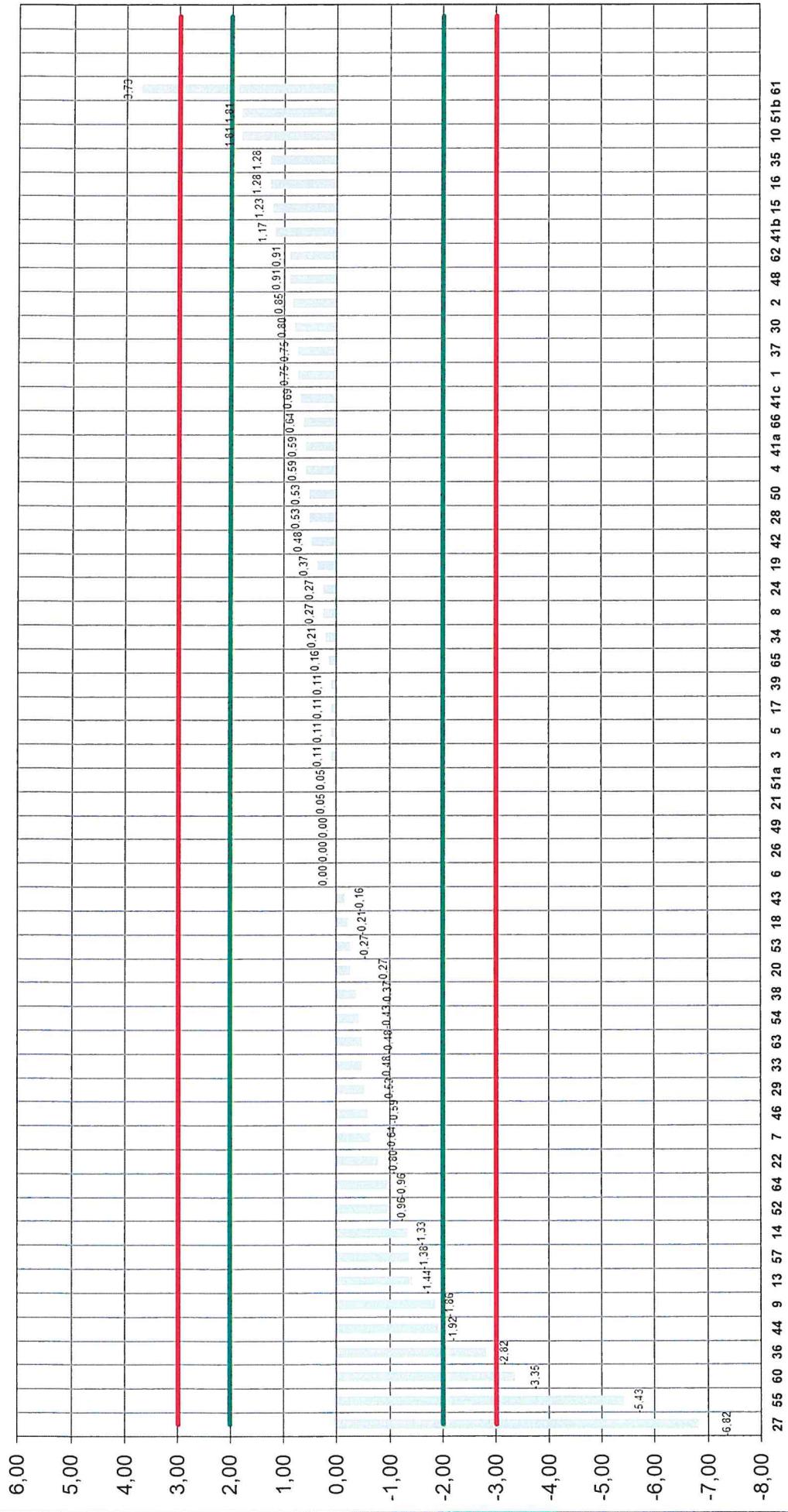
$2 < |z| < 3$ Sorgulanabilir sonuç

$|z| \geq 3$ Uygun olmayan sonuç

Tablo 4. Katılımcı Sonuçları ve Z-Skorları

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023		
PARAMETRE: KÜL%		
LAB NO	KURU BAZ	Z SKORU
1	15,29	0,75
2	15,31	0,85
3	15,17	0,11
4	15,26	0,59
5	15,17	0,11
6	15,15	0,00
7	15,03	-0,64
8	15,2	0,27
9	14,8	-1,86
10	15,49	1,81
13	14,88	-1,44
14	14,9	-1,33
15	15,38	1,23
16	15,39	1,28
17	15,17	0,11
18	15,11	-0,21
19	15,22	0,37
20	15,1	-0,27
21	15,16	0,05
22	15	-0,80
24	15,2	0,27
26	15,15	0,00
27	13,87	-6,82
28	15,25	0,53
29	15,05	-0,53
30	15,3	0,80
33	15,06	-0,48
34	15,19	0,21
35	15,39	1,28
36	14,62	-2,82
37	15,29	0,75
38	15,08	-0,37
39	15,17	0,11
41a	15,26	0,59
41b	15,37	1,17
41c	15,28	0,69
42	15,24	0,48
43	15,12	-0,16
44	14,79	-1,92
46	15,04	-0,59
48	15,32	0,91
49	15,15	0,00
50	15,25	0,53
51a	15,16	0,05
51b	15,49	1,81
52	14,97	-0,96
53	15,1	-0,27
54	15,07	-0,43
55	14,13	-5,43
57	14,89	-1,38
60	14,52	-3,35
61	15,85	3,73
62	15,32	0,91
63	15,06	-0,48
64	14,97	-0,96
65	15,18	0,16
66	15,27	0,64
SONUÇ SAYISI	57	-
ORTALAMA	15,1158	-
ORTANCA	15,1700	-
STANDART SAPMA	0,3013	-
ROBUST ORTALAMA	15,1499	-
ROBUST STANDART SAPMA	0,1878	-
Uxpt	0,0311	-

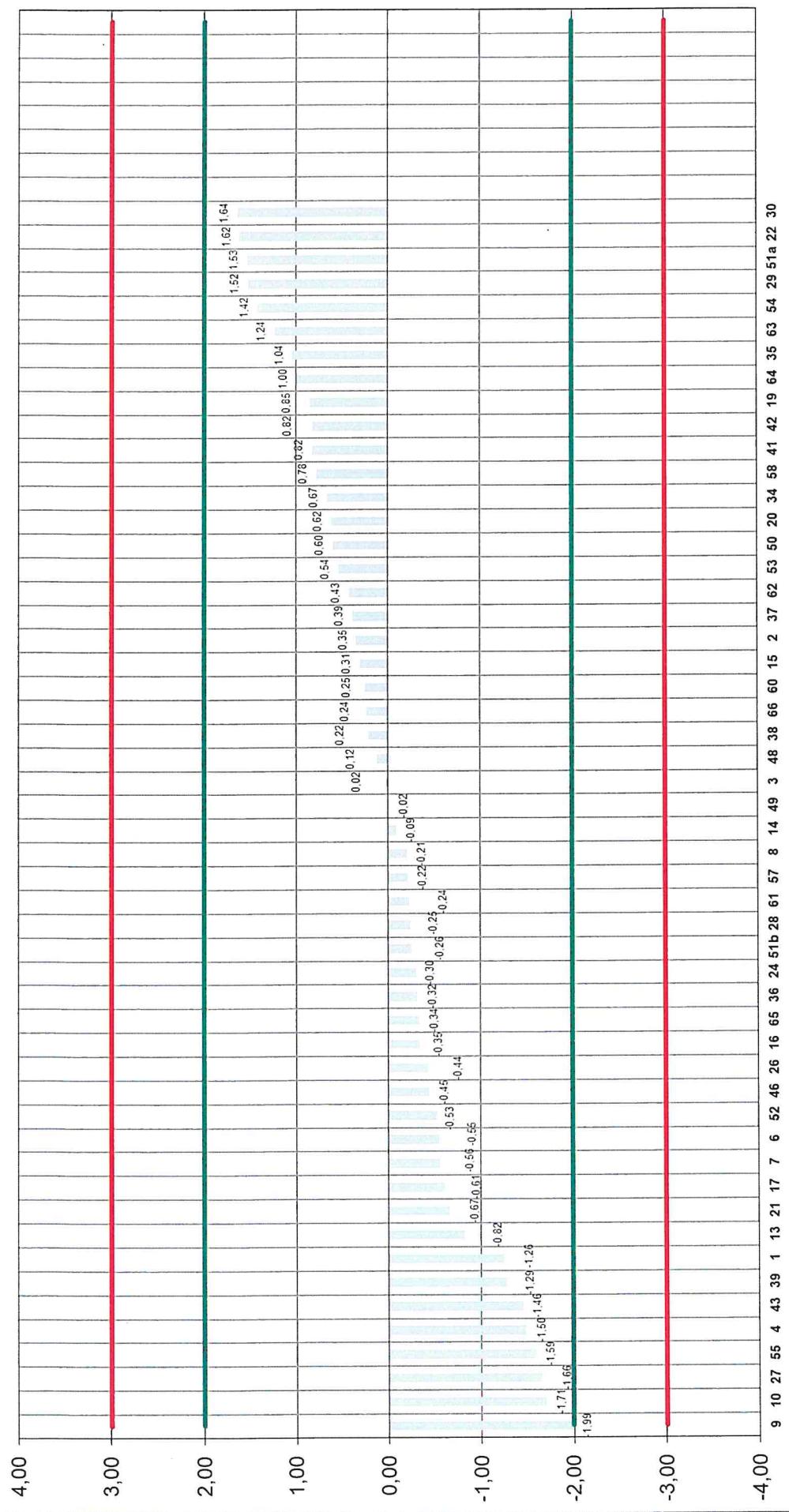
KÜL z-skoru



Lab no.

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023		
PARAMETRE: ÜST ISİL DEĞER cal/g		
LAB NO	KURU BAZ	Z SKORU
1	5483	-1,26
2	5650	0,35
3	5616	0,02
4	5458	-1,50
6	5556	-0,55
7	5555	-0,56
8	5592	-0,21
9	5407	-1,99
10	5436	-1,71
13	5528	-0,82
14	5604	-0,09
15	5646	0,31
16	5577	-0,35
17	5550	-0,61
19	5702	0,85
20	5678	0,62
21	5544	-0,67
22	5782	1,62
24	5582	-0,30
26	5568	-0,44
27	5441	-1,66
28	5588	-0,25
29	5772	1,52
30	5784	1,64
34	5683	0,67
35	5722	1,04
36	5580	-0,32
37	5654	0,39
38	5636	0,22
39	5480	-1,29
41	5699	0,82
42	5699	0,82
43	5462	-1,46
46	5567	-0,45
48	5626	0,12
49	5612	-0,02
50	5676	0,60
51a	5773	1,53
51b	5587	-0,26
52	5558	-0,53
53	5670	0,54
54	5761	1,42
55	5448	-1,59
57	5591	-0,22
58	5695	0,78
60	5640	0,25
61	5589	-0,24
62	5658	0,43
63	5742	1,24
64	5717	1,00
65	5578	-0,34
66	5638	0,24
SONUÇ SAYISI	-	52
ORTALAMA	-	5612,3077
ORTANCA	-	5608,0000
STANDART SAPMA	-	96,3127
ROBUST ORTALAMA	-	5613,5682
ROBUST STANDART SAPMA	-	103,9047
Uxpt	-	18,0112

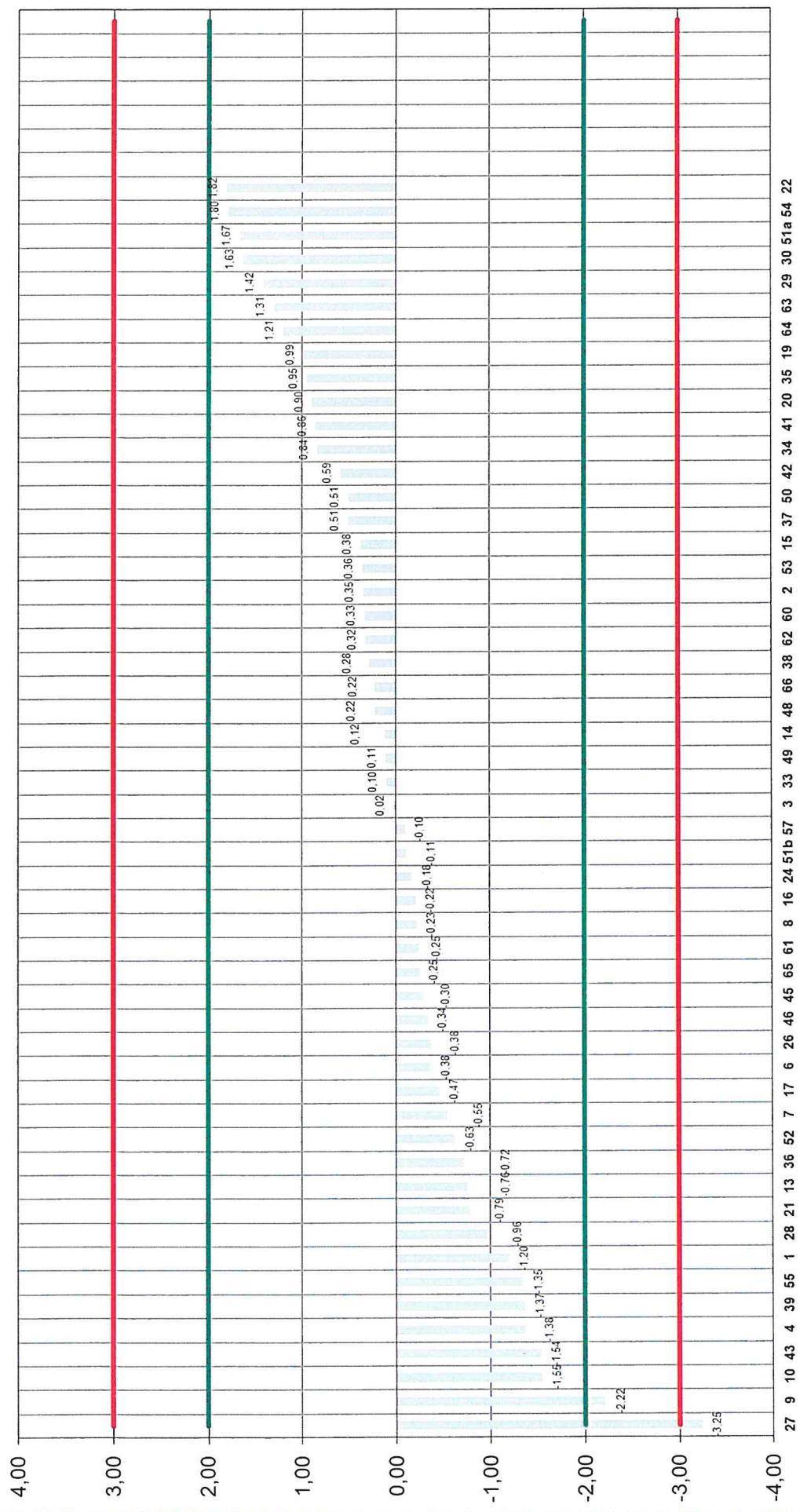
ÜST İSİL DEĞER z-skoru



Lab no.

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023		
PARAMETRE: ALT İSİL DEĞER cal/g		
LAB NO	KURU BAZ	Z SKORU
1	5261	-1,20
2	5423	0,35
3	5389	0,02
4	5243	-1,38
6	5347	-0,38
7	5329	-0,55
8	5363	-0,23
9	5155	-2,22
10	5225	-1,55
13	5307	-0,76
14	5399	0,12
15	5426	0,38
16	5364	-0,22
17	5338	-0,47
19	5490	0,99
20	5480	0,90
21	5304	-0,79
22	5576	1,82
24	5368	-0,18
26	5347	-0,38
27	5048	-3,25
28	5286	-0,96
29	5535	1,42
30	5557	1,63
33	5397	0,10
34	5474	0,84
35	5486	0,95
36	5311	-0,72
37	5440	0,51
38	5416	0,28
39	5244	-1,37
41	5476	0,86
42	5448	0,59
43	5226	-1,54
45	5355	-0,30
46	5351	-0,34
48	5410	0,22
49	5398	0,11
50	5440	0,51
51a	5561	1,67
51b	5375	-0,11
52	5321	-0,63
53	5424	0,36
54	5574	1,80
55	5246	-1,35
57	5376	-0,10
60	5421	0,33
61	5361	-0,25
62	5420	0,32
63	5523	1,31
64	5513	1,21
65	5360	-0,25
66	5410	0,22
SONUÇ SAYISI	-	53
ORTALAMA	-	5383,3396
ORTANCA	-	5389,0000
STANDART SAPMA	-	106,8710
ROBUST ORTALAMA	-	5386,5556
ROBUST STANDART SAPMA	-	104,2487
Uxpt	-	17,8996

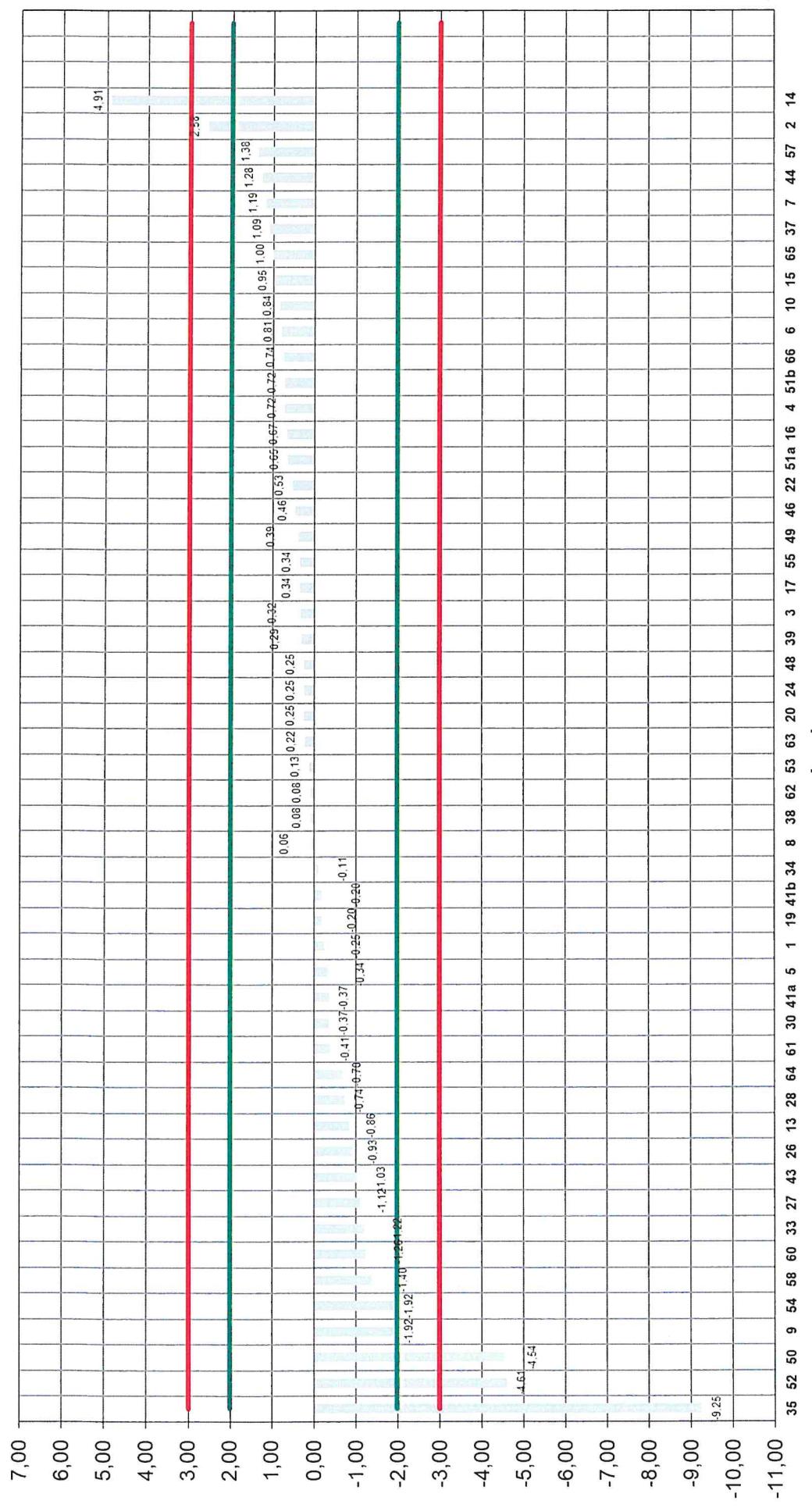
ALT İSİL DEĞER z-skoru



Lab no.

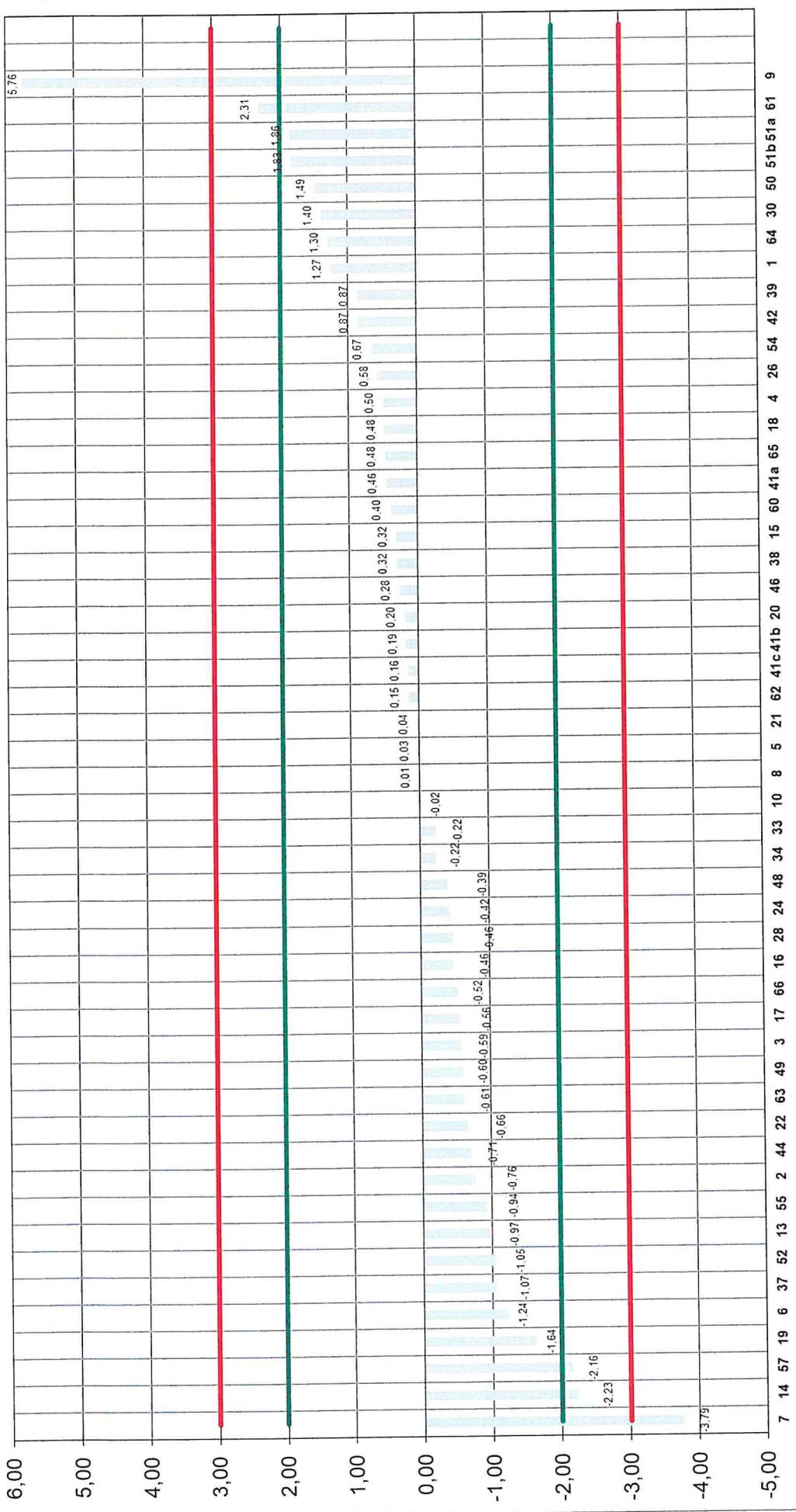
TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023		
PARAMETRE:	KÜKÜRT%	
LAB NO	KURU BAZ	Z SKORU
1	7,49	-0,25
2	8,69	2,58
3	7,73	0,32
4	7,9	0,72
5	7,45	-0,34
6	7,94	0,81
7	8,1	1,19
8	7,62	0,06
9	6,78	-1,92
10	7,95	0,84
13	7,23	-0,86
14	9,68	4,91
15	8	0,95
16	7,88	0,67
17	7,74	0,34
19	7,51	-0,20
20	7,7	0,25
22	7,82	0,53
24	7,7	0,25
26	7,2	-0,93
27	7,12	-1,12
28	7,28	-0,74
30	7,44	-0,37
33	7,08	-1,22
34	7,55	-0,11
35	3,67	-9,25
37	8,06	1,09
38	7,63	0,08
39	7,72	0,29
41a	7,44	-0,37
41b	7,51	-0,20
43	7,16	-1,03
44	8,14	1,28
46	7,79	0,46
48	7,7	0,25
49	7,76	0,39
50	5,67	-4,54
51a	7,87	0,65
51b	7,9	0,72
52	5,64	-4,61
53	7,65	0,13
54	6,78	-1,92
55	7,74	0,34
57	8,18	1,38
58	7	-1,40
60	7,06	-1,26
61	7,42	-0,41
62	7,63	0,08
63	7,69	0,22
64	7,3	-0,70
65	8,02	1,00
66	7,91	0,74
SONUÇ SAYISI	52	-
ORTALAMA	7,5119	-
ORTANCA	7,6700	-
STANDART SAPMA	0,8135	-
ROBUST ORTALAMA	7,5956	-
ROBUST STANDART SAPMA	0,4242	-
Uxpt	0,0735	-

KÜKÜRT z-skoru



TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023		
PARAMETRE: UÇUCU MADDE%		
LAB NO	KURU BAZ	Z SKORU
1	43,96	1,27
2	41,06	-0,76
3	41,31	-0,59
4	42,86	0,50
5	42,19	0,03
6	40,38	-1,24
7	36,73	-3,79
8	42,16	0,01
9	50,4	5,76
10	42,12	-0,02
13	40,76	-0,97
14	38,95	-2,23
15	42,61	0,32
16	41,49	-0,46
17	41,34	-0,56
18	42,84	0,48
19	39,8	-1,64
20	42,44	0,20
21	42,2	0,04
22	41,2	-0,66
24	41,55	-0,42
26	42,98	0,58
28	41,49	-0,46
30	44,15	1,40
33	41,84	-0,22
34	41,83	-0,22
37	40,62	-1,07
38	42,6	0,32
39	43,4	0,87
41a	42,81	0,46
41b	42,42	0,19
41c	42,38	0,16
42	43,39	0,87
44	41,13	-0,71
46	42,55	0,28
48	41,59	-0,39
49	41,29	-0,60
50	44,28	1,49
51a	44,81	1,86
51b	44,77	1,83
52	40,65	-1,05
54	43,11	0,67
55	40,81	-0,94
57	39,06	-2,16
60	42,72	0,40
61	45,46	2,31
62	42,37	0,15
63	41,27	-0,61
64	44,01	1,30
65	42,83	0,48
66	41,4	-0,52
SONUÇ SAYISI	-	51
ORTALAMA	-	42,2033
ORTANCA	-	42,1900
STANDART SAPMA	-	1,9508
ROBUST ORTALAMA	-	42,1486
ROBUST STANDART SAPMA	-	1,4315
Uxpt	-	0,2506

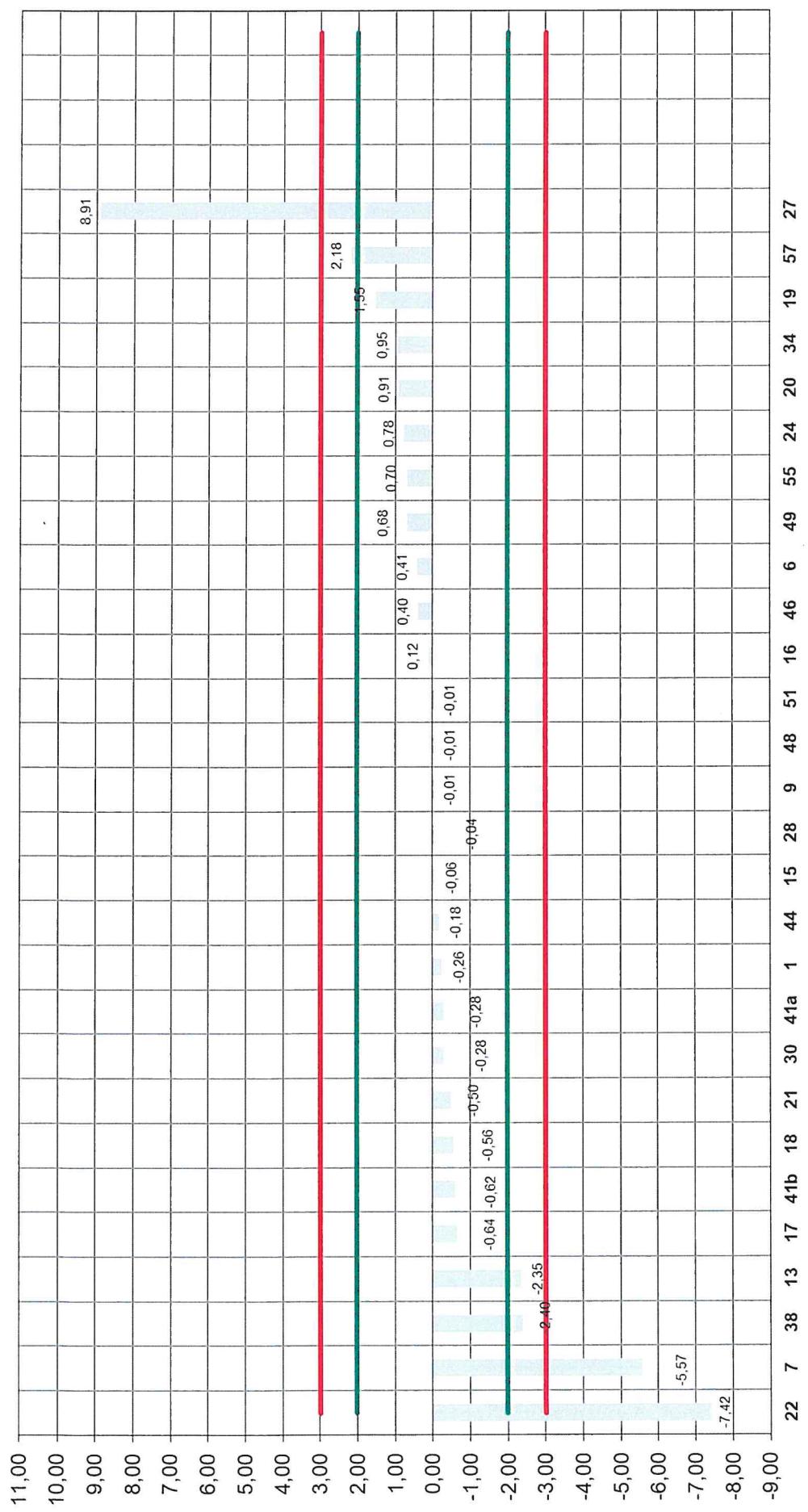
UÇUCU MADDE z-skoru



Lab no.

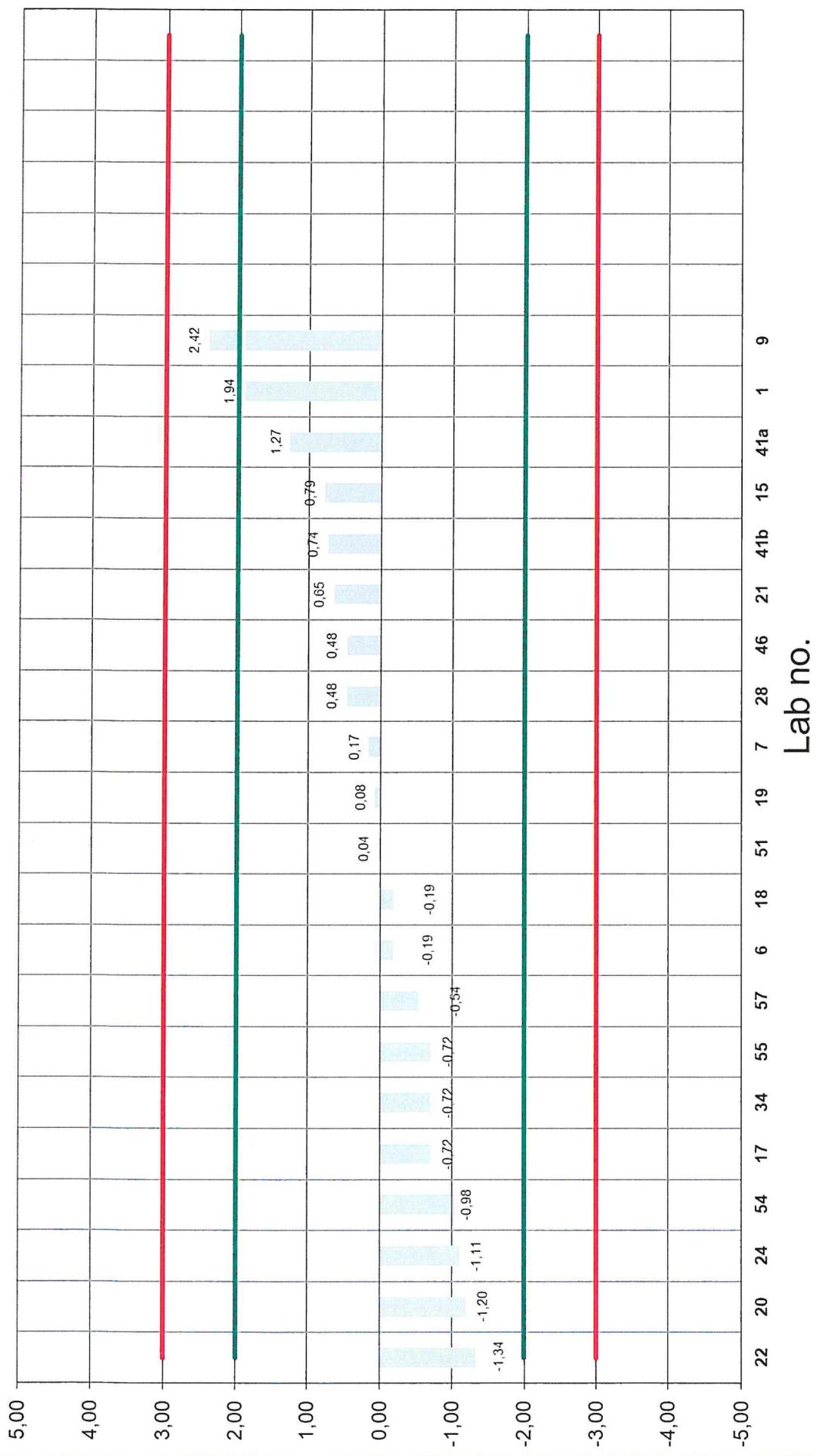
TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023		
PARAMETRE: KARBON%		
LAB NO	KURU BAZ	Z SKORU
1	56,65	-0,26
6	57,9	0,41
7	46,74	<u>-5,57</u>
9	57,1	-0,01
13	52,75	-2,35
15	57,01	-0,06
16	57,35	0,12
17	55,93	-0,64
18	56,09	-0,56
19	60,02	1,55
20	58,82	0,91
21	56,2	-0,50
22	43,29	<u>-7,42</u>
24	58,58	0,78
27	73,74	<u>8,91</u>
28	57,06	-0,04
30	56,6	-0,28
34	58,9	0,95
38	52,66	-2,40
41a	56,6	-0,28
41b	55,98	-0,62
44	56,8	-0,18
46	57,87	0,40
48	57,1	-0,01
49	58,4	0,68
51	57,1	-0,01
55	58,43	0,70
57	61,2	2,18
SONUÇ SAYISI	28	-
ORTALAMA	56,8882	-
ORTANCA	57,0800	-
STANDART SAPMA	4,9293	-
ROBUST ORTALAMA	57,1273	-
ROBUST STANDART SAPMA	1,8640	-
Uxpt	0,4403	-

KARBON z-skoru



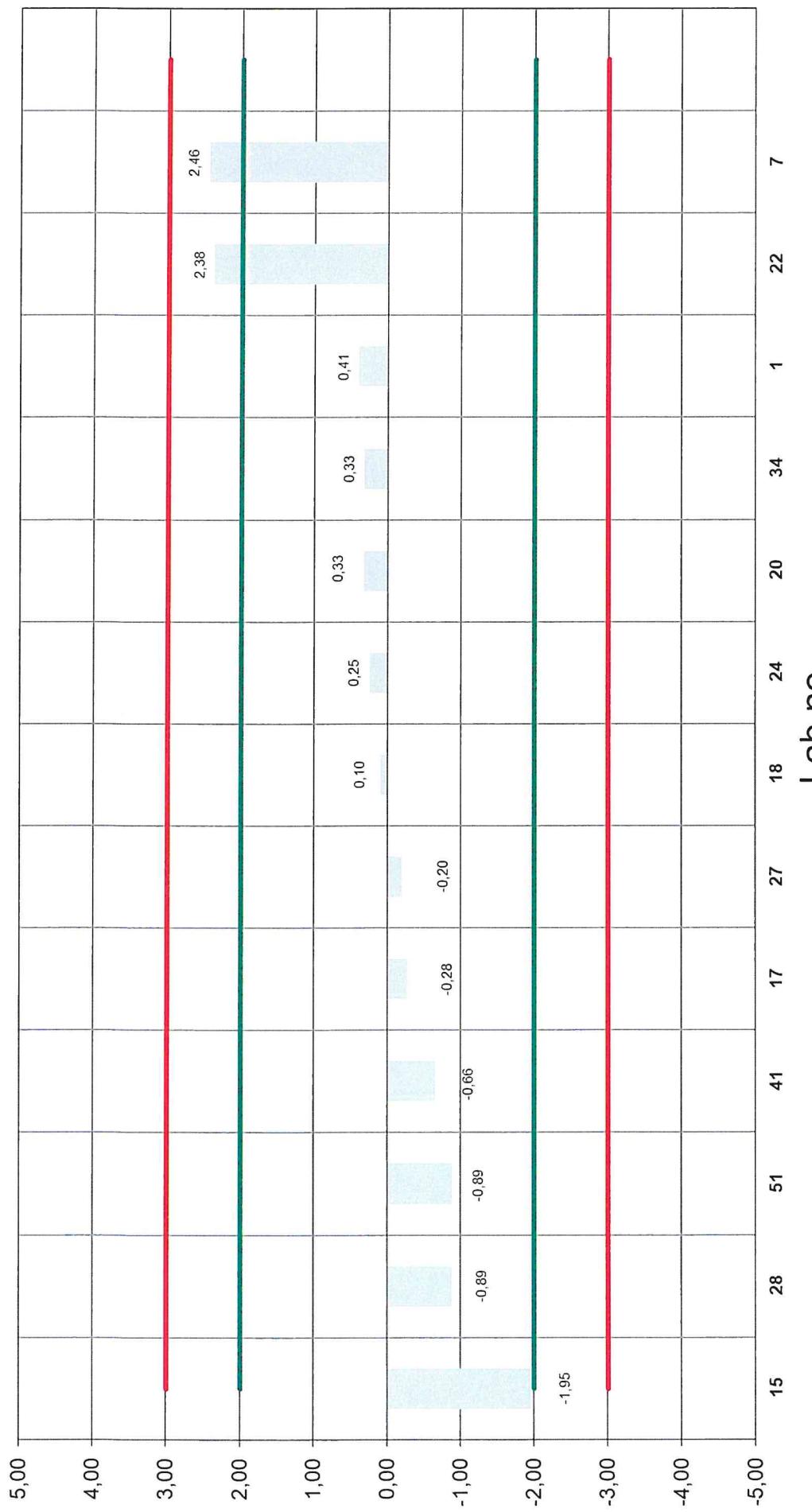
TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023		
PARAMETRE:		HİDROJEN%
LAB NO	KURU BAZ	Z SKORU
1	4,73	1,94
6	4,25	-0,19
7	4,33	0,17
9	4,84	2,42
15	4,47	0,79
17	4,13	-0,72
18	4,25	-0,19
19	4,31	0,08
20	4,02	-1,20
21	4,44	0,65
22	3,99	-1,34
24	4,04	-1,11
28	4,40	0,48
34	4,13	-0,72
41a	4,58	1,27
41b	4,46	0,74
46	4,40	0,48
51	4,30	0,04
54	4,07	-0,98
55	4,13	-0,72
57	4,17	-0,54
SONUÇ SAYISI	21	-
ORTALAMA	4,3067	-
ORTANCA	4,3000	-
STANDART SAPMA	0,2294	-
ROBUST ORTALAMA	4,2920	-
ROBUST STANDART SAPMA	0,2261	-
Uxpt	0,0617	-

HİDROJEN z-skoru



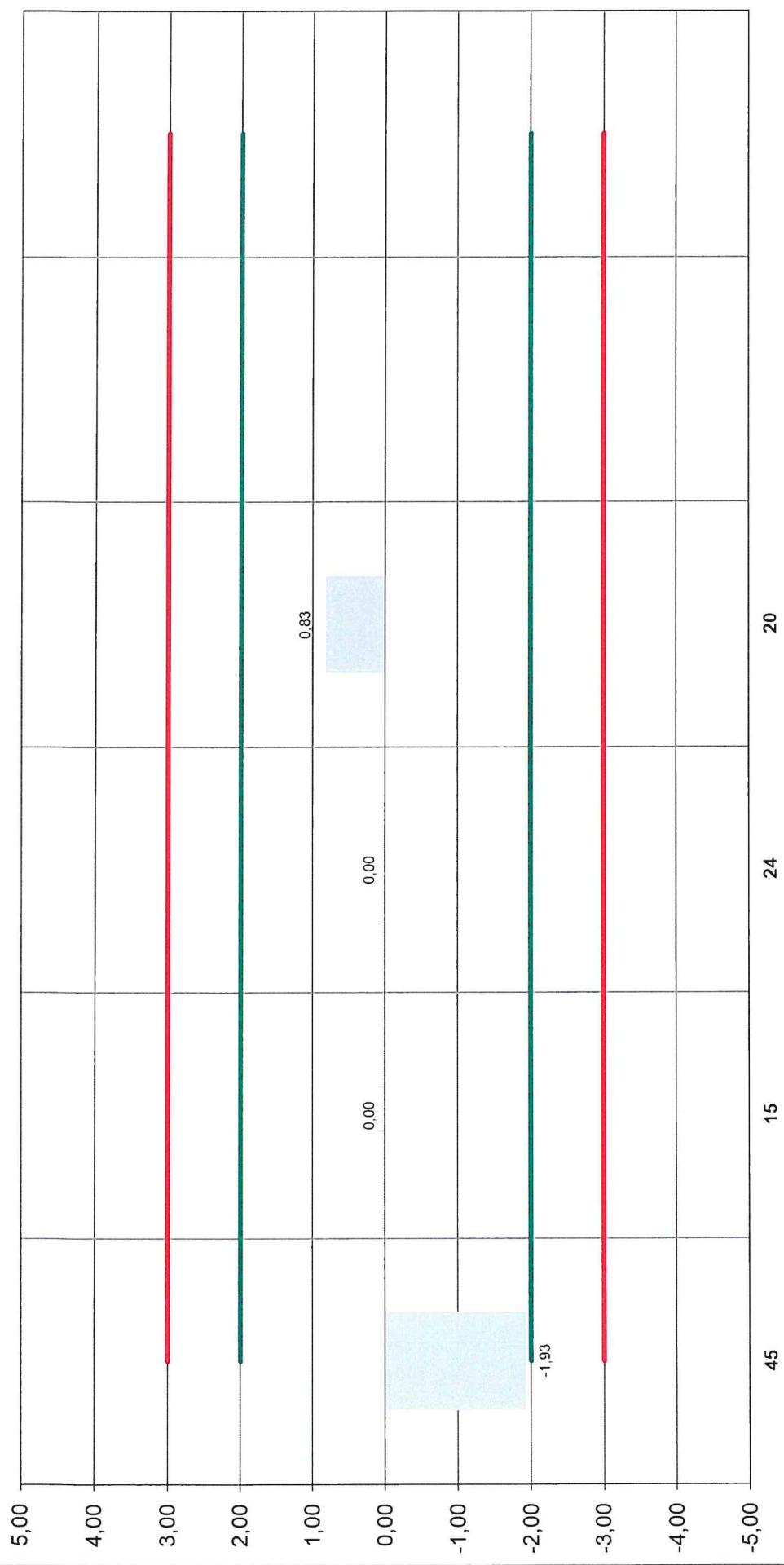
TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023		
PARAMETRE: AZOT%		
LAB NO	KURU BAZ	Z SKORU
1	1,38	0,41
7	1,65	2,46
15	1,07	-1,95
17	1,29	-0,28
18	1,34	0,10
20	1,37	0,33
22	1,64	2,38
24	1,36	0,25
27	1,3	-0,20
28	1,21	-0,89
34	1,37	0,33
41	1,24	-0,66
51	1,21	-0,89
SONUÇ SAYISI	13	-
ORTALAMA	1,3408	-
ORTANCA	1,3400	-
STANDART SAPMA	0,1315	-
ROBUST ORTALAMA	1,3267	-
ROBUST STANDART SAPMA	0,1315	-
Uxpt	0,0456	-

AZOT z-skoru



TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023			
GERÇEK YOĞUNLUK			
PARAMETRE: g/cm ³			
LAB NO		KURU BAZ	Z' SKORU
	15	1,62	0,00
	20	1,65	0,83
	24	1,62	0,00
	45	1,55	-1,93
SONUÇ SAYISI	-	4	-
ORTALAMA	-	1,6100	-
ORTANCA	-	1,6200	-
STANDART SAPMA	-	0,0313	-
Uxpt	-	0,0183	-

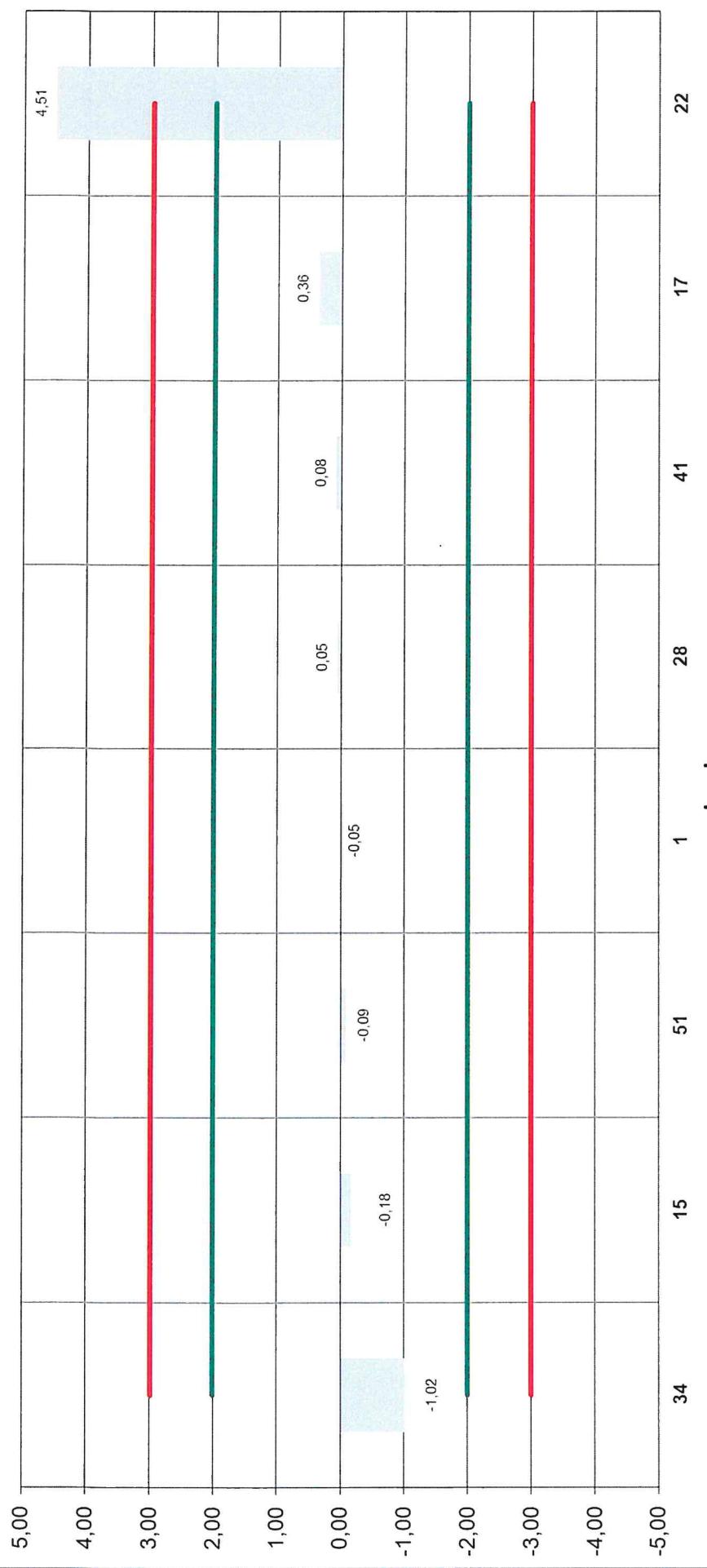
GERÇEK YOĞUNLUK z'-skoru



Lab no.

TKİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ YETERLİLİK TESTİ- 2023		
PARAMETRE: OKSİJEN %		
LAB NO	KURU BAZ	Z' SKORU
1	14,47	-0,05
15	14,08	-0,18
17	15,73	0,36
22	28,26	<u>4,51</u>
28	14,80	0,05
34	11,56	-1,02
41	14,87	0,08
51	14,36	-0,09
SONUÇ SAYISI	8	-
ORTALAMA	16,0163	-
ORTANCA	14,6350	-
STANDART SAPMA	3,0060	-
Uxpt	0,3301	-

OKSİJEN z'-skoru



GÖZLEMLER

TKİ Genel Müdürlüğü tarafından düzenlenen toplam 54 laboratuvarın katılımıyla gerçekleşen TKİ-LAK-2023 kodlu “**KÖMÜR ANALİZLERİ YETERLİLİK TESTİ**” sonucunda katılımcıların büyük çoğunluğunun başarılı olduğu gözlemlenmiştir.