

## Tekstil Deney Laboratuvarlarında Metot Doğrulama (Verifikasyon) Çalışmalarının Analizi

Mehmet TİRİTOĞLU<sup>1\*</sup> 

### Öz

Dünya genelinde her gün binlerce laboratuvarda milyonlarca test, ölçüm ve inceleme yapılmaktadır. Özellikle tekstil ürünlerinin kalite-kontrol işlemleri ve nihai ürün özelliklerinin tespiti, yapılan analizler içerisinde büyük paya sahiptir. Laboratuvar analizlerinin maddi ve hukuki yaptırımını bulduğundan, sonuçların güvenilirliği büyük önem arz etmektedir. Bu nedenle laboratuvarlarda elde edilen sonuçların her ölçümde doğruluğu sağlanmalıdır. Farklı aralıklarla elde edilen ölçüm sonuçlarının doğruluğunun kontrol edildiği yöntemlerden biri de metot doğrulama (verifikasyon) çalışmalarıdır. Yapılan incelemeler sonucunda, çeşitli tekstil laboratuvarlarında yapılan verifikasyon çalışmalarının farklı kabul ve algoritmalar içerdiği, analitik ölçüm çalışmalarının (geri kazanım, paralel çalışma vb.) analizlere uygulanabilirliğinde sorunlar olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışmanın amacı; tekstil deney laboratuvarlarında kullanılabilecek, sistematik ve amacına uygun bir verifikasyon çalışmasının aktarılmasıdır. Çalışma kapsamında, oluşturulan algoritma ile kopma mukavemeti tayini için çeşitli istatistiksel yöntemler kullanılarak bir ölçüm sonucu üzerinden örnekleme yapılmıştır. Ayrıca, analizlerde sıklıkla karşılaşılan ölçüm esnasında elde edilen verilerin diğerlerinden farklı olması durumunda (aykırı değer) izlenebilecek yöntem de aktarılmıştır. Çalışmanın özgünlüğü, literatürde metot validasyonu ve verifikasyonu ile ilgili birçok kaynak olmasına rağmen, tekstil deney laboratuvarlarının çalışmalarına ait yöntem belirlemede sorun yaşaması nedeniyle tüm sürecin bir arada olduğu bir kaynak olma niteliği taşımasıdır. Sonuç olarak tekstil laboratuvarlarında yapılan verifikasyon çalışmalarına alternatif bir metot geliştirilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Verifikasyon, Akreditasyon, Tekstil deney laboratuvarı, Tekrarlanabilirlik, Tekrar üretilebilirlik, Aykırı değer analizi.

## Analysis of Method Verification Studies in Textile testing Laboratory

### Abstract

Millions of tests, measurements and examinations are performed in thousands of laboratories around the world everyday. In particular, the quality-control processes of textile products and the determination of the final product properties have a great share in the analysis. Due to the financial and legal sanctions of the laboratory analysis, the reliability of the results have great importance. Therefore, it is crucial to ensure the accuracy of the results obtained in an experimental laboratory for each measurement. One of the methods in which the accuracy of the measurement results obtained at different intervals is the method verification studies. It has been determined that the verification studies carried out in various textile testing laboratories contain different assumptions and algorithms. Moreover, there are problems in the applicability of analytical measurement studies (recovery, parallel operation, etc.) to the analysis. The aim of this study is to establish a systematic and useful verification method that can be used in the textile testing laboratories. In the study, sampling was made on a measurement result with the developed algorithm. Furthermore, a new method has also been demonstrated to detect the outliers. The originality of the study is that although there are many sources in the literature regarding method validation and verification, it is a source where the whole process comes together since textile testing laboratories have problems determining the method of their work. Consequently, an alternative method has been presented to the verification studies carried out in textile laboratories.

**Keywords:** Verification, Accreditation, Textile testing laboratory, Repeatability - Reproducibility, Outlier.

<sup>1</sup>Bursa Uludağ Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye, [mtiritoglu@uludag.edu.tr](mailto:mtiritoglu@uludag.edu.tr)

<sup>1</sup><https://orcid.org/0000-0002-2316-0782>

## 1. Giriş

Dünya genelinde her gün binlerce laboratuvarında milyonlarca test, ölçüm ve inceleme yapılmaktadır. Ticari amaçla ürünlere değer biçilmesi, ürünün istenilen kalite değerlerinde olduğunun kontrol edilmesi, sağlığın korunması için yasal sınırların değerlendirilmesi vb. amaçla analizler gerçekleştirilmektedir (Eurachem, 2018). Laboratuvar analizlerinin maddi, hukuki karşılığı bulunduğundan sonuçların güvenilirliği büyük önem arz etmektedir. Bununla beraber, ürünlerin farklı laboratuvarlarda farklı ölçüm değerleri göstermesi firmaların ihtilafli duruma gelmelerine neden olmakta ve çözümü oldukça zorlaşan anlaşmazlıklara yol açmaktadır. Olası farklılıkların önlenmesi, ölçümün bir kere yapılıp her yerde geçerli olması için akreditasyon büyük önem arz etmektedir.

Akreditasyon, uygunluk değerlendirme kuruluşları (deney laboratuvarlarının) yeterliliklerinin uluslararası kabul edilmiş kriterlere göre denetlenmesi ve onaylanmasıdır (Türkak, 2021). Bu amaçla deney laboratuvarları TS EN ISO/IEC 17025 “Deney ve kalibrasyon laboratuvarlarının yetkinliği için genel gereklilikler” standardına göre yetkili kuruluşlar tarafından denetlenmekte ve akredite olabilmektedir. Standardın; “Metotların seçilmesi, doğrulanması ve geçerli kılınması” maddesi kapsamında, kullanılan metotların uygun bir yolla geçerli kılınması veya doğrulanması laboratuvarlar tarafından sağlanması gereken bir akreditasyon şartıdır (Türkak, 2019). Metotların geçerli kılınması (validasyon), “belirlenen gerekliliklerin amaçlanan kullanım için yeterli olduğu durumda yapılan doğrulama” olarak, doğrulama (verifikasyon) ise “belirli bir ögenin belirlenmiş gereklilikleri karşıladığına dair nesnel kanıt sağlanması” olarak tanımlanmaktadır (TS EN ISO/IEC 17025, 2017).

Laboratuvar personelinin kalite yönetim sistemi ve kendi çalışma alanları ile ilgili olarak gerekli eğitimi almış olması tek başına yeterli değildir. Alınan eğitim sonunda personelin (operatör) istenilen özellikleri kazanıp kazanmadığını belirlenmeli ve eksikliklerin tespit edilmesi durumunda; personelin tekrar eğitimi, görev değişikliği ya da uzman yardımı gibi tedbirler alınmalıdır. Sonrasında, alınan tedbirlerin de etkinliği ölçülmeli ve istenilen yeterlilik sağlanıncaya kadar bu işlem devam ettirilmelidir (Bayram, 2012).

Laboratuvarın her seferinde standart şekilde ölçümün yapılabilmesi, sonuçların kişiden bağımsız olarak her seferinde doğru ölçülmesi büyük bir öneme sahiptir. Oluşturulan yeni deney metodunun ihtiyaç duyulan gereksinimi karşılayacak yeteneğe sahip olduğunun incelenmesi gerekmektedir. Metot performansının değerlendirilerek uygunluğuna karar verilmesi süreci, validasyon çalışmaları olarak gerçekleştirilmektedir (Eurachem, 2018). Standart test metotlarının laboratuvarında uygulanabilirliğinin incelenmesi için verifikasyon çalışması yapılmaktadır.

Metot verifikasyon sürecinde; doğruluk, hassasiyet, ölçüm aralığı, tekrarlanabilirlik, ölçüm belirsizliği gibi performans parametreleri değerlendirilmektedir. Bu parametreler, metodun doğru şekilde uygulanması ve sonuçların güvenilirliğinin sağlanması için önemlidir. Verifikasyon sürecinde

validasyon süreci aynen tekrar edilmez; ancak validasyon sürecinde elde edilen bulgular referans olarak kullanılabilir (Türkak, 2019). Verifikasyon daha temel bir doğrulama sürecini temsil ederken, validasyon daha kapsamlı bir değerlendirme gerektirir ve daha yüksek bir güvenilirlik düzeyini hedefler. Her iki süreç de test yöntemlerinin doğruluğunu ve güvenilirliğini sağlamak için önemlidir.

Test laboratuvarı; ortam koşullarında, mevcut cihazları ve personeli ile üretilen sonuçların uygunluğunu kanıtlamalıdır. Verifikasyon, yöntemin uygun olduğuna dair objektif kanıtlar sağlamakta ve gereksinimlerin karşılandığı anlamına gelmektedir (NATA 2012). Böylece metodun doğruluğu teyit edilerek farklı zamanlarda, farklı kişilerce uygulanabilir olduğu kanıtlanmaktadır. Standart analiz metotlarında validasyon işlemi uygulanmamakta fakat verifikasyon yapılmaktadır (Mursaloğlu, 2020). Verifikasyon çalışmaları;

- deney metodunu etkileyebilecek bir değişiklik olması veya yeni matriks eklenmesi
- cihazın yenilenmesi
- yeni personel katılımı durumlarında yenilenmelidir (Eurachem, 2018).

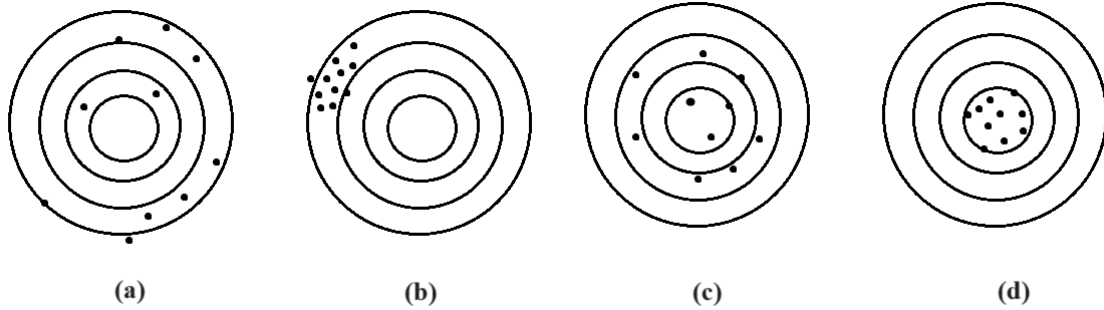
Tekstil analizlerinde ölçüm sonucu; önceden belirlenmiş sertifikalı/referans ürünün olmayışı veya çok sınırlı alanlarda bulunması nedeniyle gerçeklik, geri kazanım gibi çalışmaların yapılması mümkün değildir. Metodun gerçekliği “Laboratuvarlar arası karşılaştırma yeterlilik testleri”ne (LAK-YT) katılarak da belirlenebilmektedir (Anonim, 2018). Fakat uygulamada LAK-YT katılımlarında ölçüm için gönderilen numunelerin sonraki validasyon çalışmalarında kullanılması için yeterli olmaması nedeniyle tercih edilmemektedir.

Verifikasyon çalışmaları operatörün farklı zamanlarda elde ettiği verilerin birbirine yakınlığının incelendiği “Tekrarlanabilirlik”, operatörler arası verilerin yakınlığının incelendiği “tekrar üretilebilirlik” çalışmalarından oluşmaktadır. Tekstil laboratuvarların tekrarlanabilirlik çalışmaları çoğunlukla; değerler arasındaki en büyük farkın, standart sapma değeri ile çalışma sayısına karşılık gelen kritik aralık faktörü (TS 5822-6 ISO 5725-6, Çizelge 1) çarpımından küçük olması yöntemine göre yapılmaktadır. Tekrar üretilebilirlik, her operatörün sonuçlarının ölçüm sırası bazında kişiler arası maksimum-minimum değerleri farkının kareleri toplamının, yapılan alt örnek ölçümlerin toplamına bölümdükten sonra karekökünün alınması ile hesaplanan değerden küçük olmasına göre karşılaştırılmaktadır. Fakat tekstil ürünlerinin homojen olmayan yapısı nedeniyle genel kabul görmüş bu yöntem tam olarak uygun değildir. Örneğin A operatörünün 2. ölçümü sonrası ölçülen minimum değer ile B operatörünün 5. ölçümündeki maksimum değer kıyaslanması gerekirken her ölçüm grubu kendi içinde kıyaslanmaktadır. Bu nedenle kişiler arası kıyaslama gerçek durumu yansıtmamakta ve validasyon çalışmasının yanlış olmasına neden olabilmektedir.

Deney laboratuvarının verifikasyon çalışmalarında; tekrarlanabilirlik, tekrar üretilebilirlik, aykırı değerlerin incelenerek (varsa) elemine edilmesi ve verilerin karşılaştırılması gereklidir.

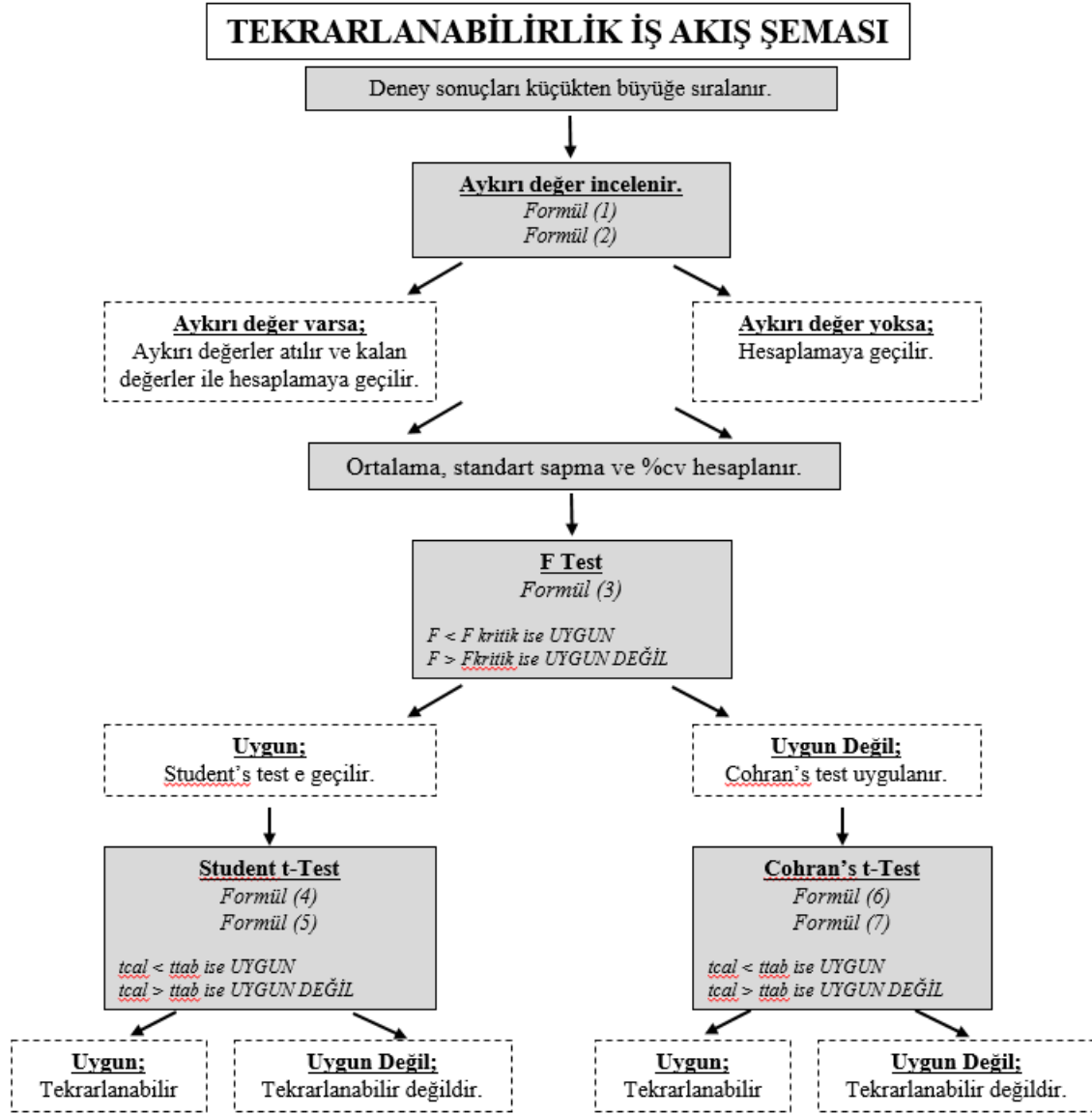
### 1.1. Tekrarlanabilirlik

Tekrarlanabilirlik, bağımsız deney sonuçlarının kısa zaman aralıkları içinde aynı donanım kullanılarak, aynı kişi tarafından, aynı laboratuvarında, eş değer deney maddeleri üzerinde aynı sonuçların elde edilmesidir (TS 5822-1 ISO 5725-1, 2011). Tekrarlanabilirlik, aynı zamanda kesinliğin bir ifadesidir. Farklı zamanlarda aynı deneyi aynı koşullar altında ölçülmesi sonucunda elde edilen değerlerin yakınlığını göstermektedir. Şekil 1’de yer alan gösterimlerde A ve C ölçümlerini gerçekleştiren operatörün sonuçlarının farklı dağılıma sahip olduğu, B ve D grafiklerinde ise sonuçların birbirine yakın aralıklarda elde edildiği görülmektedir. Bu nedenle B ve D grafiklerindeki sonuçların tekrarlanabilir olduklarından bahsedilebilir.



**Şekil 1.** Doğruluk ve kesinlik ifadelerinin gösterimi: a) Düşük doğruluk, düşük kesinlik, b) Düşük doğruluk, yüksek kesinlik, c) Yüksek doğruluk, düşük kesinlik, d) Yüksek doğruluk, yüksek kesinlik.

Ölçülen değerlerin yakınlık derecelerini hesaplamak için Student’s test, Grubb’s test, t-test gibi istatistikî metotlar kullanılmaktadır. Belirli bir algoritma izlenerek analiz esnasındaki olası aksaklıklar/farklılıklar tespit edilir. Verilerin istenilen aralıkta olmasıyla sağlanarak metot doğrulanma tamamlanmaktadır. Tekrarlanabilirlik çalışmasında öncelikle veriler arasında diğer sonuçlardan farklı olan (aykırı) değer analizi yapılarak ölçümler arasında aykırı değer varsa atılarak ihmal edilmelidir. Kalan verilere F-test, sonrasında Student t-test veya Cochran’s t-test uygulanarak elde edilen değerler tablo değerleriyle (F-tablosu, Student-t dağılımı, t-test) karşılaştırılmaktadır. Hesaplanan değer tablo değerinden küçükse, analizi yapan kişinin tekrarlı ölçümleri arasında istatistikî olarak fark bulunmamakta ve ölçümlerin tutarlı ve kesin olduğu ortaya çıkmaktadır (Çoruh, 2005).



Şekil 2. Tekrarlanabilirlik örnek iş akış şeması

## 1.2. Tekrar üretilebilirlik

Tekrar üretilebilirlik; farklı personellerin, farklı zaman aralıklarında aldıkları ölçüm sonuçlarının birbirine yakınlığını olarak tanımlanmaktadır (Anonim, 2018). Bu nedenle tekrar üretilebilirlik, doğruluğa yakınlaşmanın bir ifadesidir. Şekil 1'de verilen gösterimler incelendiğinde, A ve B değerlerinin olması gereken değerlerden uzak, C ve D verilerinin ortalaması sonuçların doğruluğunu göstermektedir. Verifikasyon çalışmalarında amaç, hem tekrarlanabilir hem de tekrar üretilebilir yani hem doğru hem de kesin verilerin elde edilmesidir. Bu nedenle D grafiğinde elde edilen veriler sonuçların kesin ve doğru olduğunu ifade ettiğinden ulaşılmak istenilen grafiği temsil etmektedir.

Sonuçların birbirleri arasında karşılaştırılıp tekrar üretilebilirlik analizi yapılarak operatör verilerinin doğruluğu ölçülmektedir. Sonrasında operatörler arasında ikili karşılaştırmalar yapılarak

hesaplanan değer ile tablo değerleri kıyaslanmaktadır. Hesaplanan değer, tablo değerinden küçükse kişiler arasındaki ölçüm değerlerinin istatistiki olarak aynı olduğu ve metodun personel tarafından laboratuvarlarda uygulanabildiği sonucu ortaya çıkmaktadır. Metod doğrulamaya ilgili örnek iş akış şemaları Şekil 2 ve Şekil 3’de sunulmuştur.



Şekil 3. Tekrar üretilebilirlik örnek iş akış şeması

Tekrar üretilebilirlik çalışmalarında her operatörün diğerleriyle karşılaştırılması nedeniyle, operatör sayısının fazla olduğu laboratuvarlarda (kişilerin ikili kombinasyonları nedeniyle) kontrol sayısı artmaktadır. Örneğin 5 operatör için 10 karşılaştırma ( $C(5,2) = 10$ ) yapılırken, 6 operatör için 15 ( $C(6,2) = 15$ ) karşılaştırma gerekmektedir. Bu durum büyük bir iş yükü oluşturabileceği için personel sayısı fazla olan laboratuvarlarda ANOVA metodu (varyans analizi) ile grup içi ve gruplar arası karşılaştırma yapılarak doğrulama çalışmaları tamamlanabilir.

### 1.3. Aykırı Değer

Diğer değerlerle karşılaştırıldığında veri setine uygun olmadığı tespit edilen değerlere aykırı değer denilmektedir. Aykırı değerler hatalı veri olabileceği gibi ölçüm cihazının hatalı olmasından veya numunedeki farklılıktan kaynaklanabilir (Ovla, 2012). Analiz sonuçlarının değerlendirilmesinde aykırı değerler, ölçüm sonuçlarının yanlış hesaplanmasına neden olacaktır. Bir metodun kesinlik ve doğruluğu değerlendirilirken, yapılan çalışmalar sonucunda elde edilen değerler arasında dışlanan bir değer olup olmadığı test edilmelidir (Olpak, 2012). Bu nedenle aykırı değerlerin tespit edilmesi, hesaplanması sonuçların güvenilirliği açısından önemlidir.

Dağılımının normal olması beklenen veri setlerinin normal dağılım göstermemesi durumunda öncelikle incelenmesi gereken husus aykırı değerlerin varlığıdır. Aykırı değerler, veri setinin ortalamasının çok uzağına düşen gözlemler olarak ifade edilir. Veri seti içinde bir tane olabileceği

gibi birden fazla da aykırı değer olabilir. Bu değerler, verilerin standart sapmasını artırmanın dışında, dağılımın şeklini de değiştirebilir ve istatistik karar süreci sonucunda hatalı kararlar verilmesine neden olabilirler. Ortalamadan uzak bir noktada bulunan bu gözlemlerin aykırı olup olmadığını belirleyebilmek amacıyla geliştirilmiş birçok istatistik test mevcuttur. Bu testlerden bazıları sadece bir, bazıları da aynı anda birden fazla gözlemin istatistiksel olarak aykırı gözlem olup olmadığını belirleyebilirler (Üçkardeş vd., 2010).

Analiz esnasında elde edilen sonuçlar diğer veri setinden farklıysa bu değerlerin ortalamaya dâhil edilmesi durumunun incelenmesi gereklidir. Uygulamada, aykırı değerlerin belirli bir %cv değerinden (örneğin %10) fazla olması durumunda atılması durumunun yanı sıra bazı istatistiksel yöntemlerin kullanıldığı görülmektedir. Ayrıca, Dixon's Q test, Grubb's single test, double test, t test, Z skor değeri (Chakravarty vd., 2014); Dixon, Gauss, Grubb's (Tabatabaee vd., 2016); Dixon, Rosner, Discordance, Grubbs, Walsh (Coucke vd., 2012) metodlarının aykırı değer analizi çalışmaları da kullanılmaktadır. Dixon testi en az duyarlı ancak en hızlı sonuç veren test olarak belirlenmiştir (Ovla, 2012). Aykırı değer analizinde; Dixon ve Grubbs'ın test metodlarının daha uygun olduğunu aktarılmaktadır (Coucke vd., 2012; Tabatabaee vd., 2016).

Eğer numuneye ait ölçüm değerinin aykırı olduğuna karar verilirse bu değer(ler) tekrarlanabilirlik ve tekrar üretilebilirlik hesaplamalarının dışında tutulur (TS 5822-5 ISO 5725-5, 2003). Aykırı olduğundan şüphelenilen değer, Dixon veya Grubb's testleri sonucunda aralık dışında kalıyorsa, bu değer atılır ve ortalamaya dâhil edilmez. Aykırı değer yönetiminde en çok kullanılan Dixon ve Grubb's test metodları şöyle tanımlanmaktadır:

### 1.3.1. Dixon (Q) test

Dixon testi bir veri setinde ortalamadan uzakta yer alan bir gözlemin aykırı olup olmadığını tespit etmek için kullanılan bir testtir. Bu test örnek büyüklüğünün  $3 \leq n \leq 25$  arasında olduğu ve bir tek aykırı gözlem olduğunun düşünüldüğü durumlarda kullanılır. Aykırı olarak düşünülen gözlemin dışındaki değerlerinin normal dağılım gösterdiği varsayılmaktadır (Üçkardeş vd., 2010).

Ölçüm sonuçları en küçükten en büyüğe doğru sıralanır. Atılması düşünülen değer ile ona en yakın değer arasındaki fark alınır ve en büyük değer ile en küçük değer arasındaki farka bölünür. Çıkan sonuçlar tablolarda verilen değerlerle karşılaştırılır (Çoruh, 2005). Bulunan sonuçlar tablo değerinden büyük olması durumunda bu değer aykırı kabul edilmekte ve ölçüm sonuçlarına dâhil edilmemektedir (TS 5822-2 ISO 5725-2, 2000).

$$\text{Dixon's Test (Q)} = \frac{|\text{Atılması düşünülen değer} - \text{En yakın değer}|}{\text{En büyük değer} - \text{En küçük değer}} \quad (1)$$

Dixon test tablosundan (Tablo 1) istenilen güven aralığındaki tablo değeri belirlenir. Ölçüm sayısının fazla olduğu durumlarda farklı yaklaşımlarla hesaplama yapılmaktadır (Rorabacher, 1991).

**Tablo 1.** Dixon test tablo değerleri (Çift yönlü)

Ölçüm (n)	Tablo değeri (Güven aralığı: 95%)
3	0,970
4	0,829
5	0,710
6	0,625
7	0,568
8	0,526
9	0,493
10	0,466

### 1.3.2. Grubb's (G) test

Grubb's testi, verilerin normal dağılımdan geldiğini varsaymaktadır. Bu yüzden, bu testin uygulanabilmesi için aykırı olarak düşünülen gözlemin dışındaki değerlerin normal dağılımdan göstermesi gerekir (Üçkardeş vd., 2010). Ölçüm sonuçları, küçükten büyüğe doğru sıralandıktan sonra atılması düşünülen ölçüm değeri, 2 numaralı formüle göre hesaplanmakta ve sonuçlar F tablosundaki değerlerle karşılaştırılmaktadır. Sonucun tablo değerinden büyük olması durumunda bu değer aykırı kabul edilmekte ve ölçüm sonuçlarına dâhil edilmemektedir.

$$\text{Grubb's Test (G)} = \frac{|\text{Atılması düşünülen değer} - \text{Ortalama}|}{\text{Standart sapma}} \quad (2)$$

Tablo değeri, Grubb's test tablosundan istenilen güven aralığında belirlenerek okunur (Tablo 2). Ölçüm sayısının fazla olduğu durumlarda farklı yaklaşımlarla hesaplama yapılmaktadır.

**Tablo 2.** Grubb's testi için kritik değerler tablosu (Çift yönlü)

Ölçüm (n)	Tablo değeri (Güven aralığı: 95%)
3	1,154
4	1,481
5	1,715
6	1,887
7	2,020
8	2,127
9	2,215
10	2,290



## 1.4. Verilerin Karşılaştırılması

İki farklı metot, operatörlerin farklı zamanlardaki performansı, operatörlerin veya laboratuvarların karşılaştırılması, referans ve kontrol numunelerinden elde edilen sonuçların karşılaştırılması gibi nedenlerden dolayı veriler kıyaslanmaktadır. Bu tip durumlarda en kullanışlı istatistik araçları “F” test, “t” test ve regresyon analizidir. Bu testler normal dağılım gösteren iki veri dizisinin standart sapmalarını ve ortalamalarını karşılaştırarak bunların benzer olup olmadığını belirler (Çoruh, 2005). Ölçüm ortalamasını karşılaştırmadan önce “F” test yapılarak standart sapmalar (kesinlikler) karşılaştırılır. Standart sapmalar arasındaki farkın önemli olup olmadığı durumuna göre ortalamalar ya “Student t-test” ya da “Cochran t-test” uygulanır.

### 1.4.1. Kesinliklerin karşılaştırılması (F-Test)

Her operatörün farklı ölçüm grubu değerlerinin birbirine uygunluğunun değerlendirilmesi için F testi uygulanır. Deney sayısı 30’ dan küçükse iki serini ortalamasını karşılaştırmadan önce “F test” yapılarak standart sapmalar (kesinlikler) karşılaştırılır (Anonim, 2019). Bunun için; ölçümler arasındaki büyük varyans değeri (standart sapmaların karesi) küçük varyansa bölünerek (Formül 3)  $F_{\text{tablo}}$  değeri ile kontrol edilir.  $F < F_{\text{tablo}}$  ise Student’s test,  $F > F_{\text{tablo}}$  ise Cochran test uygulanır (Şekil 2: Tekrarlanabilirlik örnek iş akış şeması).

$$F = \frac{\text{Büyük varyans } (S_1^2)}{\text{Küçük varyans } (S_2^2)} \quad (3)$$

Hesaplanan F değeri, F tablosundaki değer ile karşılaştırılır.  $F_{\text{tablo}}$  değeri, veri dizilerinde yer alan numune sayısı değil, serbestlik derecesine (numune sayısı - 1) göre tablodan (Tablo 3) okunmalıdır.  $F < F_{\text{tablo}}$  ise karşılaştırılan dizinler arasında istatistiksel açıdan önemli fark yoktur. Bu durumda Student t-test uygulanır.  $F > F_{\text{tablo}}$  olması durumunda standart sapmalar arasındaki fark önemlidir ve Cochran t-test uygulanır (Sibbesen, 2011).

Çizelge dışında yer alan serbestlik derecelerindeki tablo değerleri için Microsoft Excel kullanılabilir. “F.TERS” fonksiyonundan yararlanarak; FTERS (olasılık, serb\_derecesi1, serb\_derecesi2) verileri tanımlanmaktadır. Olasılık (0,95), birinci ve ikinci serilerin serbestlik dereceleri girilerek  $F_{\text{tablo}}$  değeri elde edilebilmektedir.

**Tablo 3.** %95 güven aralığında F-test tablosu

		2. veri setinin serbestlik derecesi							
		3	4	5	6	7	8	9	10
1. veri setinin serbestlik derecesi	3	9,277	9,117	9,013	8,941	8,887	8,845	8,816	8,786
	4	6,591	6,388	6,256	6,163	6,094	6,041	6,003	5,964
	5	5,409	5,192	5,050	4,950	4,876	4,818	4,777	4,735
	6	4,757	4,534	4,387	4,284	4,207	4,147	4,104	4,060
	7	4,347	4,120	3,972	3,833	3,787	3,726	3,682	3,637
	8	4,066	3,838	3,687	3,581	3,500	3,438	3,393	3,347
	9	3,863	3,633	3,482	3,374	3,293	3,230	3,184	3,137
	10	3,708	3,478	3,326	3,217	3,135	3,072	3,025	2,978

### 1.4.2. Student t-test

İki veri dizisinin ortalamalarının karşılaştırılması için kullanılmaktadır. F testinde hesaplanan değerler tablo değerinden küçük olması, bir başka ifade ile iki veri grubunun aynı dağılıma sahip olması durumunda uygulanır. Student t-testi için 4 ve 5 numaralı formüller kullanılmaktadır.

$$t = \frac{|X_1 - X_2|}{S_{pool}} \times \sqrt{\frac{n_1 \cdot n_2}{n_1 + n_2}} \quad (4)$$

$$S_{pool} = \sqrt{\frac{(n_1 - 1) \cdot S_1^2 + (n_2 - 1) \cdot S_2^2}{(n_1 - 1) + (n_2 - 1)}} \quad (5)$$

$X_1$ =1. veri dizisinin aritmetik ortalaması

$X_2$ =2. veri dizisinin aritmetik ortalaması

$S_1$ =1. veri dizisinin standart sapması

$S_2$ =2. veri dizisinin standart sapması

$n_1$ =1. veri dizisinin ölçüm sayısı

$n_2$ =2. veri dizisinin ölçüm sayısı

Hesaplanan t değeri, Student t - tablosunda okunan değer ile karşılaştırılır. Tablo değeri (Tablo 4) okunurken numune sayısı yerine serbestlik derecesindeki değer (iki seri karşılaştırıldığında toplam numune sayısı – 2 olmalıdır) okunması gerektiği unutulmamalıdır (Sibbesen, 2011).

**Tablo 4.** %95 güven aralığında Student t-test tablosu

Serbestlik derecesi	t-test tablo değeri
1	12,706
2	4,303
3	3,182
4	2,776
5	2,571
6	2,447
7	2,365
8	2,306
9	2,262
10	2,228

Çizelge dışında yer alan serbestlik derecelerindeki tablo değerleri için Microsoft Excel kullanılabilir. “T.TERS.2K” fonksiyonundan yararlanarak; T.TERS.2K(olasılık, serb\_derecesi) verileri tanımlanmaktadır. Olasılık (0,05), toplam numune sayısının 2 eksiği olacak şekilde serbestlik derecesi girilerek  $t_{\text{tablo}}$  değeri elde edilebilmektedir.

### 1.4.3. Cochran t-test

İki veri dizisinin standart sapmalarının karşılaştırılması için kullanılmaktadır. F testinde hesaplanan değer tablo değerinden büyük olması, bir başka ifade ile iki veri grubunun farklı dağılıma sahip olması durumunda uygulanır. Hesaplanan t değeri (6 numaralı formül) ile  $t_{\text{cal}}$  değeri (7 numaralı formül) karşılaştırılır. t değeri  $< t_{\text{cal}}$  ise ölçüm sonuçları tekrarlanabilir (Sibbesen, 2011).

$$t = \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}} \quad (6)$$

$$t_{\text{cal}} = \frac{t_1 \frac{S_1^2}{n_1} + t_2 \frac{S_2^2}{n_2}}{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}} \quad (7)$$

$X_1=1$ . veri dizisinin aritmetik ortalaması

$S_1=1$ . veri dizisinin standart sapması

$n_1=1$ . veri dizisinin ölçüm sayısı

$t_1=$  tablo değeri (serbestlik derecesine göre)

$X_2=2$ . veri dizisinin aritmetik ortalaması

$S_2=2$ . veri dizisinin standart sapması

$n_2=2$ . veri dizisinin ölçüm sayısı

$t_2=$  tablo değeri (serbestlik derecesine göre)

7 numaralı formüldeki  $t_1$  ve  $t_2$  değerleri “Cochran Deneyi İçin Kritik Değerler” tablosundan (Tablo 5) serbestlik derecesine göre değerler okunur. Cochran testi için diğer tablo verilerine TS 5822-2 ISO 5725-2 standardından ulaşılabilmektedir.

**Tablo 5.** %95 güven aralığında Cochran deneyi için kritik değerler

Serbestlik derecesi	n=2	n=3	n=4	n=5
2	-	0,975	0,939	0,906
3	0,967	0,871	0,798	0,746
4	0,906	0,768	0,684	0,629
5	0,841	0,684	0,598	0,544
6	0,781	0,616	0,532	0,48
7	0,727	0,561	0,48	0,431
8	0,680	0,516	0,438	0,391
9	0,638	0,478	0,403	0,358
10	0,602	0,445	0,373	0,331

#### 1.4.4. t-test

Farklı kişilerin farklı zamanlarda yaptığı ölçümlerin karşılaştırması (tekrar üretilebilirlik) amacıyla kullanılmaktadır. Operatörlerin elde ettikleri sonuçlar birbirleriyle ikili karşılaştırdıkları bölümde hesaplama Cochran's t-testindeki 6 numaralı formül ile yapılır. Tablodaki serbestlik derecesinin toplam ölçüm sayısının 2 eksiği olduğuna dikkat edilmelidir.  $t < t_{\text{tablo}}$  ise, ikili karşılaştırma sonucunda elde edilen veriler tekrar üretilebilirdir (Şekil 3: Tekrar üretilebilirlik örnek iş akış şeması).

$$df = n_1 + n_2 - 2 \quad (8)$$

Laboratuvarlar çeşitli algoritmalar oluşturarak metot doğrulama çalışmaları yapmaktadır. Fakat tekstil analiz laboratuvarlarındaki çalışmaların analitik kimyaya ait metodolojilerle (geri kazanım, paralel çalışma vb.) yapılmaya çalışılması, tekstil analizlerinde sertifikalı referans malzemenin çok sınırlı olması veya yanlış algoritma kullanımı gibi sorunlarla karşılaşmaktadır. Bu çalışmanın amacı; tekstil deney laboratuvarlarında kullanılacak, sistematik ve amacına uygun bir verifikasyon çalışmasının aktarılmasıdır. Oluşturulan algoritmalarla örnek bir ölçüm sonucu üzerinden standart metot doğrulaması açıklanmıştır. Verifikasyon çalışması uygulamalı olarak (EN ISO 13934-1 kopma mukavemeti deneyi için) yapılarak elde edilen sonuçların örnek iş akış planına göre uygunluğu incelenmiştir. Ayrıca ölçüm esnasında elde edilen verilerin diğerlerinden farklı olması durumunda (aykırı değer) izlenecek yöntemle ilgili bilgilendirme yapılmıştır. Çalışmanın özgünlüğü, literatürde metot validasyonu ve verifikasyonu ile ilgili birçok kaynak olmasına rağmen, deney laboratuvarlarının çalışmalarına ait yöntem belirlemede sorun yaşaması nedeniyle tüm sürecin bir arada olduğu bir kaynak olma niteliği taşımasıdır. Sonuç olarak deney laboratuvarlarında yapılan verifikasyon çalışmalarına referans olabilecek ve uygulanabilir bir çalışmanın geliştirilmesi hedeflenmiştir.

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Materyal

Homojenize edilemeyen katı malzemeler (metaller, kauçuklar veya tekstil ürünleri) üzerinde ölçmeler gerçekleştirileceğinde ve ölçümler aynı deney parçası üzerinde tekrarlanamadığında, numunedeki homojensizlik, ölçme kesinliğinin temel bir bileşeni olmakta ve özdeş malzeme özelliği göstermemektedir (TS 5822-1 ISO 5725-1, 2011). Bu nedenle homojen yapıda olmayan tekstil

ürünlerinin verifikasyon çalışmalarında kullanımı öncesinde analiz edilmesi gereklidir. Örneğin kumaş malzemesinin kullanımı öncesinde; başından ortasından ve sonundan, sağ ve sol uçlarından farklı numuneler alınıp sonuçların tutarlılığı incelenebilir.

Doğal lifler, yapısı gereği değişkenlik göstermektedir. Numuneden gelen varyasyonunun azaltılması ve daha homojen bir malzeme elde edilebilmesi için sentetik ipliklerden üretilen numunelerin seçilmesi faydalı olacaktır. Çalışmada %100 polyester ipliklerden üretilmiş bezayağı dokuma kumaş kullanılmıştır.

## 2.2. Metot

Rutin kullanıma almadan önce seçilen metodun amaca uygun olduğu ve gereken performansı gösterdiğini ispatlamak ve objektif kanıtlar sunmak için sürecin aktarılması gerekmektedir (Türkak, 2019). Çalışmada aktarılacak verifikasyon çalışması süreci şu şekildedir:

- i. Metodun seçimi ve çalışma tipinin belirlenmesi: Uluslararası metot (EN ISO) kullanılacağından verifikasyon çalışması yapılacaktır.
- ii. Metot performans parametrelerinin seçimi: Mekanik özelliklerin belirlemeye yönelik testlerde sadece kesinlik ve mümkün olduğu durumlarda gerçeklik çalışması yeterli olmaktadır. Çalışmada kesinlik parametresi çalışılacaktır.
- iii. Deney tasarımı, hedef değerlerin belirlenmesi ve uygulama: Bu çalışmada %100 polyester dokuma kumaş seçilmiştir. Numunelerin çözgü yönü kopma mukavemeti, EN ISO 13934-1 deney standardına göre Shimadzu AG-X HS marka universal mukavemet test cihazında ölçülmüştür. Çene mesafesi 200 mm, çene hızı 100 mm/dk belirlenmiştir. Numuneler en az bir gün EN ISO 139 standardına uygun şekilde kondisyonlu ortamda bekletilmiştir.

Tekrarlanabilirlik çalışmasında serbestlik derecesinin en az 6 olması gerekmektedir. Bu değere 7 setlik bir grup numune ölçümüyle ulaşılabileceği gibi her birinde 4 numunenin olduğu 2 ayrı grupta ya da her birinde 3 numunenin olduğu 3 ayrı grupta ulaşarak ölçüm gerçekleştirilebilmektedir (NATA 2012). Numune ve çevrim sayısı arttıkça elde edilen sonuçların doğruluğu arttığından belirtilen minimum serbestlik derecesinin mümkün olduğunca üzerinde numune gruplarıyla çalışılması tavsiye edilmektedir. EN ISO 13934-1 standardında belirtildiği üzere bu çalışmada her birinde beş numunenin olduğu üç ayrı çevrimli çalışma planı oluşturulmuştur. Her operatör üç adet çevrimini aynı gün içerisinde tamamlamıştır. Diğer operatörlerin çalışmaları bir sonraki gün devam ettirilerek sonuçlandırılmıştır. Tekrarlanabilirlik ölçümlerinde kısa zaman aralıkları olması gerektiğinden, her operatör aynı gün içinde farklı zamanlarda deney yapmıştır. Tekrar

üretilebilirlik kıyaslamaları açısından operatörlerin farklı günlerde ölçüm yapması sağlanmıştır.

- iv. Sonuçların hesaplanması, değerlendirilmesi ve raporlanması: Ölçüm sonucunda elde edilen veriler öncelikle aykırı değer tespiti yapıldıktan sonra makalede aktarılan istatistiki çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Varyans analizi için SPSS 28 istatistik programı kullanılmıştır. Analiz sonuçları  $\alpha=0,05$  anlamlılık derecesi için değerlendirilmiştir. Analiz sonucunda  $P>0,05$  olduğunda incelenen faktörün kumaş özelliklerine etkisi olmadığını,  $P<0,05$  olduğunda incelenen faktörün test edilen özellik üzerine etkisi olduğu sonucuna varılmıştır. Etkisi bulunan faktörün, seviyeleri arasındaki farkı görmek için SNK (Student Newman Keuls) testine başvurulmuştur. Bu test sonunda elde edilen tabloda biri birinden istatistiksel açıdan farklı faktör seviyeleri aynı harfler ile aralarında fark olmayan seviyeler ise farklı harfler ile gösterilmiştir.

### 3. Bulgular ve Tartışma

Metot doğrulama analizi için aynı operatör tarafından kısa zaman aralıklarıyla (tekrarlanabilirlik) ve farklı operatörlerin farklı zaman aralıklarında (tekrar üretilebilirlik) yapılan ölçümlere ait veri analizleri şöyledir:

#### 3.1. Tekrarlanabilirlik

Her operatörün bağımsız deney sonuçları arasındaki yakınlık derecesinin tespit edilmesi için yapılmaktadır. İşlem akışı:

- i. Aykırı değer tespit edilir.
- ii. Ölçümlerin birbirine göre kıyaslanarak varyans oranlarının hesaplanması ve varyans oranının  $F_{\text{tablo}}$  değerinden büyük ya da küçük olmasına göre Student's ya da Cochran t-Test metodunun hangisinin kullanılacağı belirlenir
- iii. Hesaplanan t değerinin tablolardaki  $t_{\text{tablo}}$  değerinden büyük ya da küçük olmasına göre tekrarlanabilirlik uygunluğunun değerlendirilir.

##### 3.1.1. Aykırı değer tespiti

Veriden sapma gösteren değerlerin incelenmesi için "aykırı değer tespiti" yapılmıştır. Veri grupları içerisinde farklı olduğu düşünülen değerler için, yukarıda aktarıldığı gibi, aykırı değer analizleri gerçekleştirilmiştir. D operatörünün 1. ölçümünde elde ettiği "593 N" değerine uygulanan

Dixon ve Grubb's testleri sonucunda; Dixon test için (Formül 1) elde edilen  $Q = 0,7069$  değeri  $> Q_{tablo} = 0,642$  olduğundan bu değer aykırı değer kabul edilmiş ve ihmal edilerek hesaplamalarda kullanılmamıştır. Aykırı değer tespiti sonucunda elde edilen nihai değerler Tablo 6'da verilmiştir.

**Tablo 6.** Aykırı değer analizi sonrası ölçüm sonuçları

Operatör	Değerlendirme Sonrası Ölçüm Sonuçları (N)					Ort.	Std.sap.	%CV	Genel			
	Ort.	Std.sap.	%CV	Ort.	Std.sap.				%CV			
A	1. ölçüm	514	514	522	514	507	514,2	5,3	1,0	519,6	9,5	1,8
	2. ölçüm	511	533	505	526	534	521,8	13,1	2,5			
	3. ölçüm	525	526	525	508	530	522,8	8,5	1,6			
B	1. ölçüm	509	520	518	524	511	516,4	6,3	1,2	520,5	8,5	1,6
	2. ölçüm	517	519	529	527	510	520,4	7,7	1,5			
	3. ölçüm	537	523	535	514	515	524,8	10,8	2,1			
C	1. ölçüm	518	515	520	517	526	519,2	4,2	0,8	521,7	7,4	1,4
	2. ölçüm	522	532	517	523	543	527,4	10,3	1,9			
	3. ölçüm	521	510	527	519	515	518,4	6,4	1,2			
D	1. ölçüm	505	518	*	519	522	516,0	7,5	1,5	521,4	11,7	2,2
	2. ölçüm	525	534	509	554	531	530,6	16,3	3,1			
	3. ölçüm	523	521	506	524	509	516,6	8,4	1,6			

### 3.1.2. F-test uygulanması (Tekrarlanabilirlik)

A operatörünün 1. ve 2. ölçümleri karşılaştırıldığında;

$$F = (13,1)^2 / (5,3)^2 = 6,1 \text{ değeri hesaplanır (büyük varyans / küçük varyans).}$$

$F_{tablo} = 9,6045$  değeri tablodan bulunur. Burada dikkat edilmesi gereken konu, tablodan okunan değerlerin numune sayısına göre değil, serbestlik derecesine göre okunması gerekliliğidir.

$F = 6,1 < F_{tablo} = 9,6045$  olduğundan Student t-Test uygulanmasına karar verilir. Ters durumda Cochran's test uygulanması gereklidir. Operatörün diğer ölçüm değerlerine de (1. ve 3. ölçüm - 2. ve 3. ölçüm) aynı yöntemle F testi uygulanır.

### 3.1.3. Student's veya Cochran's t-test uygulaması (Tekrarlanabilirlik)

A operatörünün 1. ve 2. ölçümleri sonucu elde edilen değerler (4 ve 5 numaralı) formülde yerine konulduğunda;

$$t = 1,19897 \text{ hesaplanır.}$$

$t_{\text{tablo}} = 2,306$  değeri tablodan bulunur. Burada, numune sayısı yerine serbestlik derecesi değerine göre okuma yapılmasına dikkat edilmelidir. Örneğin bu örnekte 1.ölçüm için 4, 2.ölçüm için 4 olmak üzere 8 serbestlik derecesi üzerinden tablo değeri okunmuştur.

$t = 1,19897 < t_{\text{tablo}} = 2,306$  olduğundan, A operatörünün 1. ve 2. ölçümleri “tekrarlanabilir” ölçümlerdir. Operatörün diğer ölçüm değerlerine de (1. ve 3. ölçüm - 2. ve 3. ölçüm) aynı yöntemle Student’s ya da Cochran test uygulanır. Hesaplamalar sonucunda “tekrarlanabilir değil” sonucu çıkan ölçüm gruplarında deney ile ilgili parametrelerin gözden geçirilerek ölçümlerin yeniden yapılması gerekmektedir.

### 3.2. Tekrar üretilebilirlik

Tekrar üretilebilirlik; farklı zaman ve farklı operatörler tarafından ölçülen tekrarlanabilir deney sonuçlarının birbirleriyle karşılaştırılarak doğruluklarının kontrol edilmesidir. Bu amaçla tekrarlanabilir oldukları belirlenmiş sonuçlar karşılaştırılmaktadır. A ile B operatörlerinin deney sonuçları karşılaştırmak üzere (6 numaralı) formül uygulanır. Bu bölümdeki ortalama ve standart sapma değerleri 15 adetlik tüm ölçüm değerlerini kapsamaktadır.

$$t = \frac{|X_1 - X_2|}{\sqrt{\frac{S_1^2}{n_1} + \frac{S_2^2}{n_2}}} \quad (6)$$

$S_1=1.$  veri dizisinin standart sapması

$n_1=1.$  veri dizisinin ölçüm sayısı

$S_2=2.$  veri dizisinin standart sapması

$n_2=2.$  veri dizisinin ölçüm sayısı

$t = 0,6629$  hesaplanır.

$t_{\text{tablo}} = 2,048$  değeri tablodan bulunur. Burada, numune sayısı yerine serbestlik derecesi değerine göre okuma yapılmasına dikkat edilmelidir. Örneğin bu örnekte 1.ölçüm için 14, 2.ölçüm için 14 olmak üzere 28 serbestlik derecesi üzerinden tablo değeri okunmuştur. Tabloda istenilen serbestlik derecesine ait değer bulunamaması durumunda enterpolasyon ile değer tayin edilebilmektedir.

$t = 0,6629 < t_{\text{tablo}} = 2,048$  olduğundan, A operatörü ile B operatörünün ölçümleri “tekrar üretilebilir” ölçümlerdir. Operatörlerin diğer karşılaştırılmaları da (A-C, A-D, B-C, B-D, C-D) yapılır. Hesaplamalar sonucunda, diğerleri ile “tekrar üretilebilir değil” sonucu çıkan operatörün deney ile ilgili parametreleri gözden geçirerek deneyleri tekrarlaması gerekmektedir. Analiz sonuçlarına göre tüm operatörlerin tekrarlanabilirlik ve tekrar üretilebilirlik sonuçları Tablo 7’de sunulmuştur.



**Tablo 7.** Tüm operatörlerin tekrarlanabilirlik ve tekrar üretilebilirlik özet sonuçları

Operatör	Tekrarlanabilirlik								Tekrar üretilebilirlik			
	Ölçüm grubu 1	Ölçüm grubu 2	F test			Student t-Test			Operatör	t-Test		
			F hesaplanan	F tablo	Sonuç	t hesaplanan	t tablo	Sonuç		t hesaplanan	t tablo	Sonuç
A	1	2	6,124		Uygun	1,199		Uygun	B	0,283		Uygun
	1	3	2,578	6,388	Uygun	1,914	2,306	Uygun	A	0,663	2,048	Uygun
	2	3	2,376		Uygun	0,143		Uygun	D	0,459		Uygun
B	1	2	1,522		Uygun	0,898		Uygun	B	0,283		Uygun
	1	3	2,982	6,388	Uygun	1,501	2,306	Uygun	C	0,390	2,048	Uygun
	2	3	1,960		Uygun	0,740		Uygun	D	0,234		Uygun
C	1	2	5,949		Uygun	1,653		Uygun	C	0,663		Uygun
	1	3	2,305	6,388	Uygun	0,234	2,306	Uygun	B	0,390	2,048	Uygun
	2	3	2,581		Uygun	1,665		Uygun	D	0,065		Uygun
D	1	2	4,664		Uygun	1,644		Uygun	D	0,459		Uygun
	1	3	1,258	6,388	Uygun	0,111	2,306	Uygun	B	0,234	2,048	Uygun
	2	3	3,707		Uygun	1,709		Uygun	C	0,065		Uygun

### 4.3. Varyans Analizi (ANOVA)

Operatör sayısının fazla olduğu laboratuvarlarda özellikle tekrar üretilebilirlik çalışmalarındaki karşılaştırma sayılarındaki büyük artış, verifikasyon analizinin yapılmasında sorunlara neden olabilir. Bu durumlar için ANOVA varyans analizi yöntemi kullanılabilir. Ölçüm sonuçlarına ait aykırı değer incelemesi yapıldıktan sonra veriler “grup içi” ve “gruplar arası” değerlendirilerek verifikasyon işlemi tamamlanır. Varyans analizi hem tekrar edilebilirlik hem de tekrar üretilebilirlik çalışmalarında kullanılabileceği gibi, sadece karşılaştırma sayısının fazla olduğu tekrar üretilebilirlik aşamasında da kullanılabilir. Bu çalışmada her ikisinde de kullanım örneklendirilmiştir.

Tekrarlanabilirlik analizi için öncelikle operatörlerin ölçüm sonuçları arasındaki veriler incelenir. 1., 2. ve 3. ölçüm sonuçları arasında ANOVA ile varyans analizi yapılır. Veri setleri arasında anlamlılık (p) değerinin 0,05’den büyük olması durumunda verilerin istatistiki olarak farklı olmadığı, operatörün farklı ölçümlerinin tutarlı olduğu anlaşılmaktadır (Tablo 8).

**Tablo 8.** Tekrarlanabilirliğin ANOVA ile analizi

Operatör	Anlamlılık (p)	Ölçüm grubu	Numune sayısı	Ölçüm sonucu
A	0,331	1.	5	514,2 (a)
		2.	5	521,8 (a)
		3.	5	522,8 (a)
B	0,328	1.	5	516,4 (a)
		2.	5	520,4 (a)
		3.	5	524,8 (a)
C	0,146	3.	4	518,4 (a)
		1.	5	519,2 (a)
		2.	5	527,4 (a)
D	0,138	1.	5	516,0 (a)
		3.	5	516,6 (a)
		2.	5	530,6 (a)

Operatörlerin elde ettikleri değerin tekrarlanabilir olduğunun tespit edilmesinden sonra kişiler arasında verilerin istatistiki olarak aynı olması (tekrar üretilebilirlik) durumu analiz edilir. Karşılaştırmalar Tablo 9'daki gibi SNK tablolarıyla yapılabilmektedir. A, B, C ve D operatörlerinin verilerinden elde edilen anlamlılık değeri  $p:0,940$ 'dür.

**Tablo 9.** Operatörler arasındaki verilerin analizi (tekrar üretilebilirlik) için oluşturulmuş SNK tablosu

Operatör	Numune sayısı	Ölçüm sonucu
A	15	519,6 (a)
B	15	520,5 (a)
D	14	521,4 (a)
C	15	521,7 (a)

Elde edilen sonuçlara göre operatörlerin elde ettikleri ölçüm sonuçları ( $p: 0,94 > 0,05$  olduğundan) istatistiki olarak aynıdır. Bu durum, laboratuvarında ilgili deney için yetkilendirilecek operatörlerin aynı sonucu ettikleri anlamına gelmektedir. Böylece, ilgili deney için A-B-C-D operatörlerine yetkilendirme yapılabilmektedir.

#### 4. Sonuçlar ve Öneriler

TS EN ISO 17025 akreditasyonu gereği, bir deney laboratuvarında operatörün ilgili deneyde yetkilendirilmesi için metot validasyon ve verifikasyon çalışmalarının yapılması gerekmektedir. Standart deney metoduyla ilgili yetkilendirme işlemlerinde validasyon yapılmamakta, sadece verifikasyon yapılmaktadır. Bu çalışmada; geliştirilen metotların uygulanabilirliğinde yaşanan problemler veya yeterli standart referans numune bulunamaması gibi sorunlar nedeniyle tekstil deney laboratuvarları için örnek bir çalışma metodu oluşturulmuş ve uygulamalı olarak örneklerle aktarılmıştır.

Operatörlerin kendi içinde gerçekleştirdiği tekrarlı ölçüm sonuçlarına önce "F-test" ve sonrasında "Student t-test" uygulanmıştır. Aktarılan algoritmaya göre sonuçlar uygun olduğundan ölçüm sonuçları tekrarlanabilirdir. Sonraki aşamada, operatörlerin elde ettiği tekrarlanabilir sonuçlar ayrı ayrı karşılaştırılmıştır. Tüm ikili karşılaştırma sonuçları uygun olduğundan sonuçlar tekrar üretilebilir. Ayrıca, operatör sayısının fazla olduğu ve ikili karşılaştırmanın zor olacağı durumlar için ANOVA çalışması aktarılmıştır. Tüm ölçümlerde elde edilen sonuçlar arasında istatistiki olarak fark olmadığı ( $p>0,05$ ) görülmüştür.

Çalışmada deney laboratuvarlarında çok sık karşılaşılan, aykırı değer elde edildiğinde sonucun ortalamaya dâhil edilip edilmemesi durumu da incelenmiştir. Bu amaçla kullanılacak metotlar örneklendirilerek açıklanmıştır.

Metot verifikasyon çalışmalarına örnek olması açısından, literatür ve eğitimlerde aktarılan çalışmalar neticesinde akış şemaları oluşturulmuştur. Deney laboratuvarlarının her seferinde güvenilir sonuç verebilmeleri için sistematik validasyon ve verifikasyon çalışmaları yapılması gereklidir. Kesin ve doğru ölçüm sonuçlarının elde edilebilmesi için deney sonucunda elde edilen verilerin bu çalışmadaki gibi belirlenmiş bir algoritma ile kontrol edilmesi sağlanmalıdır.

### **Teşekkür**

Değerli katkılarından dolayı; Kimya Yüksek Mühendisi Nazife REÇBER, Tekstil Yüksek Mühendisi Muhittin ÖZKAN ve Laborant Emel BATMAN'a teşekkür ederim.

### **Yazarların Katkısı**

Bu çalışmada diğer yazarların katkısı bulunmamaktadır.

### **Çıkar Çatışması Beyanı**

Bu çalışmada işbirliği yapılan kişi ve şirketler arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

### **Araştırma ve Yayın Etiği Beyanı**

Yapılan çalışmada araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

### **Kaynaklar**

- Anonim, (2018). Kimyasal ve Fiziksel Analizlerde Metot Validasyonu / Verifikasyonu Rehberi, Gıda Tarım ve Hayvancılık Bakanlığı Gıda Kontrol Genel Müdürlüğü
- Anonim, (2019), *İstatistik 2*, Anadolu Üniversitesi yayınları, 67–99, Eskişehir.
- Bayram, L., (2012), *Adli bilim laboratuvarlarında TS EN ISO/IEC 17025 standardı teknik gereklilikleri*, Turkish J Police Studies, 14(4):113–32.
- Chakravarty, S., Mohanty, A., Ghosh B., Tarafdar M., Aggarwal S.G., Gupta P.K., (2014), *Proficiency testing in chemical analysis of iron ore: Comparison of statistical methods for outlier rejection*, Journal of Metrology Society of India, 29(2):87–95.
- Coucke, W., China, B., Delattre, I., Lenga, Y., Van Blerk, M., Van Campenhout, C., vd. (2012), *Comparison*

- of different approaches to evaluate external quality assessment data.* Clinica Chimica Acta, 413(5-6):582-6
- Çoruh, T., (2005), *Ölçüm belirsizliği hesapları ve hesaplama yöntemleri*, TMMOB Kimya Mühendisleri Odası Ankara Şubesi, Ankara.
- Eurachem, (2018), *Analitik metotların amaca uygunluğu - metodun geçerli kılınması ve ilgili konular için laboratuvar kılavuzu*, Eurachem Guide.
- Mursaloğlu, P. (2018). Su Laboratuvarlarının TS EN ISO/IEC 17,25 Standart Revizyonu ile Değişimleri, Türk Hijyen ve Deneysel Biyoloji Dergisi, (77), s:57-64.
- NATA, (2012). Guidelines for the validation and verification of quantitative and qualitative test methods, National Association of Testing Authorities Technical Note.
- Olpak, H.Y. (2012). Soya Ununda Aflatoksin Tayini, Metot Validasyonu ve Ölçüm Belirsizliğinin Saptanması. Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Rorabacher, D.B., (1991), *Statistical treatment for rejection of deviant values: Critical values of Dixon's "Q" parameter and related subrange ratios at the 95% confidence level.* Analytical Chemistry, 63(2):139-46.
- Sibbesen, L., (2011), *Strengthening quality infrastructure in Turkey Project - TR0702.12.01/001 - Training for food and textile laboratories from the Ministry of Defence on method validation for laboratories*, Ankara
- Tabatabaee, H., Ghahramani, F., Choobineh, A., Arvinfar, M. (2016), *Investigation of outliers of evaluation scores among school of health instructors using outlier - determination indices*, Journal of Advances in Medical Education and Professionalism, 4(1):21-5.
- TS 5822-1 ISO 5725-1, (2011), *Ölçme metotlarının ve sonuçlarının doğruluğu (gerçeklik ve kesinlik) - Bölüm 1: Genel Prensipler ve tarifler*, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- TS 5822-2 ISO 5725-2, (2000), *Ölçme metotlarının ve sonuçlarının doğruluğu (gerçeklik ve kesinlik) - Bölüm 2: Standart bir ölçme metodunun tekrarlanabilirliği ve uyarılığın tayini için temel metot*, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- TS 5822-5 ISO 5725-5, (2003), *Ölçme metotlarının ve sonuçlarının doğruluğu (gerçeklik ve kesinlik) - Bölüm 5: Standart bir ölçme metodunun kesinliğini belirlemek için alternatif metotlar*, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- TS 5822-6 ISO 5725-6 (2003), *Ölçme metotlarının ve sonuçlarının doğruluğu (gerçeklik ve kesinlik)-Bölüm 6: Doğruluk değerlerinin pratikte kullanılması*, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- TS EN ISO/IEC 17025, (2017), *Deney ve kalibrasyon laboratuvarlarının yetkinliği için genel gereklilikler*, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
- Türkak, (2021), *Uygunluk değerlendirme kuruluşlarının akreditasyonu prosedürü*, Türk Akreditasyon Kurumu, Ankara.
- Türkak, (2019), *Metodun geçerli kılınması ve doğrulanması için bilgilendirme kılavuzu*, Türk Akreditasyon Kurumu, Ankara.
- Ovla, H.D., Taşdelen, B., (2012), *Aykırı Değer Yönetimi*, Mersin Üniv Sağlık Bilim Dergisi, 5, 1-8.
- Üçkardeş, F., Şahinler, S., Efe, E. (2010), *Aykırı gözlemlerin belirlenmesinde kullanılan bazı istatistikler*, KSÜ Doğa Bilim Dergisi, 13(1):42-5.