

Motorinde Çoklu Parametre  
UME CRM 1502

Raporu Hazırlayanlar

Burcu Binici  
Sema Akyürek  
Ümit Yüksel Akçadağ  
Orhan Sakarya

Tarih  
08/11/2018



Dr. Mustafa ÇETİNTAŞ  
Enstitü Müdürü

## İÇİNDEKİLER

İçindekiler .....	2
Kısaltmalar .....	3
Semboller .....	4
Özet.....	5
Giriş.....	6
Katılımcılar .....	6
Malzeme İşleme .....	7
Homojenlik.....	8
Kararlılık .....	10
Karakterizasyon.....	15
Özellik Değerlerinin ve Belirsizliklerinin Atanması.....	16
Değiştirilebilirlik.....	20
İzlenebilirlik.....	20
Kullanım Talimatı.....	20
Kaynaklar .....	21
Revizyon Tarihçesi .....	22
Ek 1. Homojenlik Çalışmaları için Grafikler .....	23
Ek 2. Kısa Dönem Kararlılık Çalışmaları için Grafikler .....	32
Ek 3. Uzun Dönem Kararlılık Çalışmaları için Grafikler .....	49
Ek 4. Karakterizasyon Çalışmaları için Grafikler .....	58

Sayfa 3 / 66	<b>TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM 1502</b>
--------------	---	-------------------------

## KISALTMALAR

ANOVA	Varyans analizi
CFPP	Soğuk filtre tıkanma noktası
ISO	Uluslararası standardizasyon organizasyonu
$MS_{between}$	ANOVA'dan üniteler arası karelerinin ortalaması
$MS_{within-sample (error)}$	Çift etken ANOVA için ünite içi karelerinin ortalaması
RSD	Bağıl standart sapma
SI	Uluslararası birimler sistemi
SRM	Sertifikalı referans malzeme
TRaNS	Tabakalı rastgele numune seçimi yazılımı

## SEMBOLLER

$\alpha$	Anlamlılık seviyesi
$\Delta_m$	Ölçüm sonucu ile sertifikalandırılan değer arasındaki fark
$N$	Ünite başına tekrar sayısı
$n_{char}$	Karakterizasyon çalışmasına katılmış ve verileri kabul edilip atanmış değerlerin hesaplanmasında kullanılmış laboratuvar sayısı
$S$	Standart sapma
$S_{bb}$	Üniteler arası standart sapma (ANOVA)
$S_{bb,rel}$	Üniteler arası bağıl standart sapma
$S_{wb}$	Ünite içi standart sapma (ANOVA)
$S_{wb,rel}$	Alt örneklerin tüm üniteyi temsil etmesi koşuluyla yöntemin ünite içi standart sapması
$U_{bb}$	Üniteler arası homojenliğe bağlı standart belirsizlik
$U_{bb,rel}$	Üniteler arası homojenliğe bağlı bağıl standart belirsizlik
$U_{rect}$	Dikdörtgen dağılım olarak modellenmiş olası üniteler arası homojenliğe bağlı standart belirsizlik
$U_{rect,rel}$	Dikdörtgen dağılım olarak modellenmiş olası üniteler arası homojenliğe bağlı bağıl standart belirsizlik
$U_{char}$	Karakterizasyona bağlı standart belirsizlik
$U_{char,rel}$	Karakterizasyona bağlı bağıl standart belirsizlik
$u_{\Delta}$	Ölçüm sonucu ile sertifikalandırılan değer arasındaki farka ait belirsizlik
$U_{\Delta}$	Ölçüm sonucu ile sertifikalandırılan değer arasındaki farka ait genişletilmiş belirsizlik
$U_{its}$	Uzun dönem kararlılığa bağlı standart belirsizlik
$U_{its,rel}$	Uzun dönem kararlılığa bağlı bağıl standart belirsizlik
$u_{meas}$	Standart ölçüm belirsizliği
$U_{sts}$	Kısa dönem kararlılığa bağlı standart belirsizlik
$U_{sts,rel}$	Kısa dönem kararlılığa bağlı bağıl standart belirsizlik
$\bar{t}$	Bütün zaman noktalarının ortalaması
$t_{\alpha,df}$	Çift kuyruklu kritik t değeri (t testi)
$t_i$	Her bir paralel için zaman noktası

Sayfa 5 / 66	<b>TÜBİTAK</b> <b>ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM</b> <b>1502</b>
--------------	---	-------------------------------

## ÖZET

Petrokimya endüstrisi tarafından satışa sunulan motorin, belirli ürün özelliklerine sahip olmak zorundadır. Bu özellikler Avrupa'da EN 590 standardı, 98/70/EC numaralı Avrupa Birliği direktifi, Amerika Birleşik Devletleri'nde Çevre Koruma Ajansı (EPA), Türkiye'de ise Enerji Piyasası Denetleme Kurulu (EPDK) ve Türk Standartları Enstitüsü (TSE) tarafından belirlenmiş ve yayınlanmıştır [1-2].

Standartlara uygun olarak ürün üretme ve satışa sunma zorunluluğu sebebiyle üretici firmalar ürettikleri ürünün belirlenen özelliklere sahip olup olmadığını kontrol etmek durumundadırlar. İstenilen özelliklere sahip ürün elde edildiğini tespit etmek ve bundan emin olmak için ürün özellikleri ölçümlerinin yapıldığı cihaz ve yöntemlerin kontrol edilmesi gerekmektedir. Bu kontrol ise sertifikalı referans malzeme ile yapılabilmektedir.

Bu çalışmada motorinde kinematik viskozite, yoğunluk, damıtma (250 °C ve 350 °C'deki geri kazanım ve %5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 ve 95 geri kazanımın olduğu sıcaklık değerleri), setan indisi ve parlama noktası parametrelerinin ölçümü için kullanılan metotların doğrulanmasına olanak sağlayıp referans olacak, ISO Guide 34 [3] ve ISO Guide 35 [4] rehberlerine uygun sertifikalı referans malzeme (SRM) üretimi hedeflenmiştir.

Sayfa 6 / 66	<b>TÜBİTAK</b> <b>ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM</b> <b>1502</b>
--------------	---	-------------------------------

## GİRİŞ

Motorin gerek performans gerekse çevresel koruma açısından belli özelliklere sahip olmalıdır. Bu özellikler Türkiye’de TS 3082, Avrupa’da ise EN 590 ve direktif 98/70/EC tarafından belirlenmiştir. Petrokimya endüstrisi kuruluşları kullanıma sunacakları motorinin bu özellikleri sağlamasıyla yükümlüdürler [1-5].

Motorinin istenilen özelliklerde olduğunu tespit etmek için standart metotlar kullanılmaktadır. Standart metotlar ölçümlerin laboratuvarlar arası karşılaştırılabilirliğini sağlamakla birlikte laboratuvarların standart metodu aynı doğrulukta uygulayabildiğini garanti etmemektedir. Kullanılan standart metotların doğru bir şekilde uygulandığının ispatı için sertifikalı referans malzemeye ihtiyaç vardır. Bu amaçla TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü Referans Malzemeler Laboratuvarı, motorinde kinematik viskozite, yoğunluk, damıtma (250 °C ve 350 °C’deki geri kazanım ve %5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 ve 95 geri kazanımın olduğu sıcaklık değerleri), setan indisi ve parlama noktası değerlerinin ölçümünde kullanılan metotların, doğruluğunun ispatlanması için kullanılacak olan sertifikalı referans malzeme üretimini gerçekleştirmiştir. Elde edilen referans malzeme için üretim ayrıntıları bu raporda sunulmaktadır.

## KATILIMCILAR

Faaliyet	Laboratuvar
<b>Numune alma ve işleme</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>TÜBİTAK UME, Ulusal Metroloji Enstitüsü, Gebze Yerleşkesi, Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. No.1, 41470, Gebze/Kocaeli, Türkiye (Numune İşleme)</li><li>TÜPRAŞ-İzmit Rafinerisi, Güney Mah. Petrol Cad. No: 25/1 41780 Körfez/Kocaeli, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0113-T) (Numune Alma)</li></ul>
<b>Homojenlik çalışması</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>TÜBİTAK UME, Ulusal Metroloji Enstitüsü, Gebze Yerleşkesi, Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. 41470, Gebze/Kocaeli, Türkiye (Numune hazırlanması ve sonuçların değerlendirilmesi)</li></ul>
<b>Kararlılık çalışması</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>TÜBİTAK UME, Ulusal Metroloji Enstitüsü, Gebze Yerleşkesi, Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. No.1, 41470, Gebze/Kocaeli, Türkiye (Numuneleri saklanması ve sonuçların değerlendirilmesi)</li><li>OMV-POAŞ-Haramidere, OMV POAŞ Haramidere Terminali, Avcılar/İstanbul, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0066-T) (Kısa Dönem Kararlılık Ölçümleri)</li><li>KTÜ-YUAM, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Prof. Dr. Saadettin Güner Yakıt Uygulama Araştırma Merkezi 61080, Trabzon, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0371-T) (Uzun Dönem Kararlılık Ölçümleri)</li></ul>

Sayfa 7 / 66	<b>TÜBİTAK</b> <b>ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM</b> <b>1502</b>
--------------	---	-------------------------------

Faaliyet	Laboratuvar
<b>Proje yönetimi ve veri değerlendirmesi</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>TÜBİTAK UME, Ulusal Metroloji Enstitüsü, Gebze Yerleşkesi, Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. No.1, 41470, Gebze/Kocaeli, Türkiye</li> </ul>
<b>Karakterizasyon çalışması (alfabetik sırayla)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>İnönü Üniversitesi-Petrol Araştırma Laboratuvarı (PAL), İnönü Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü 44280 Malatya, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-316-T)</li> <li>KTÜ-YUAM, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Prof. Dr. Saadettin Güner Yakıt Uygulama Araştırma Merkezi 61080, Trabzon, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0371-T)</li> <li>OMV POAŞ-İzmir Aliğa Terminal Müdürlüğü-Siteler Mah. Petrol Ofisi Cad. No: 10 35800 Aliğa/İzmir, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0066-T)</li> <li>OMV-POAŞ-Haramidere, OMV POAŞ Haramidere Terminali, Avcılar/İstanbul, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0066-T)</li> <li>OPET-MARLAB, Merkez Mah. Ereğli Cad. No:78 Sultanköy Marmara Ereğlisi/Tekirdağ, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0039-T)</li> <li>OPET-MERLAB, Karaduvar Mah. 1031 Sok. No:4 Mersin, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0039-T)</li> <li>OPET-KORLAB Güney Mah. Hamit Kaptan Sok No:8 Körfez/Kocaeli, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0039-T)</li> <li>TÜBİTAK MAM Enerji Enstitüsü, Gebze Yerleşkesi Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. B blok 41470 Gebze/KOCAELİ, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0378-T)</li> <li>TÜBİTAK UME, Ulusal Metroloji Enstitüsü, Gebze Yerleşkesi, Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. No.1, 41470, Gebze/Kocaeli, Türkiye</li> <li>TÜPRAŞ İzmir Rafinerisi, Atatürk Mah. İnönü Bulvarı No: 52 35800 Aliğa/İzmir, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0120-T)</li> <li>TÜPRAŞ-İzmit Rafinerisi, Güney Mah. Petrol Cad. No: 25/1 41780 Körfez/Kocaeli, Türkiye (TS EN/ISO/IEC 17025, Akreditasyon Belge No: AB-0113-T)</li> </ul>

## MALZEME İŞLEME

Motorinde çoklu parametre referans malzemesinin işlenmesi sürecinde ilk olarak numunenin homojenleştirileceği 300 L'lik yüksek yoğunluklu polietilen tank, süzme işleminde kullanılacak ekipman ve 0,5 L'lik amber cam şişeler ve plastik kapaklarının temizliği gerçekleştirilmiştir. Üretimde kullanılan tank deterjanla yıkanmış, önce çeşme suyu ve daha sonra da ultra saf suyla (Milli-Q, 18,2 MΩ·cm<sup>-1</sup>) durularak kurutulmuştur. Süzme ekipmanı, amber cam şişeler ve plastik kapakları da deterjan ile

Sayfa 8 / 66	<b>TÜBİTAK</b> <b>ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM</b> <b>1502</b>
--------------	---	-------------------------------

yıkanmış, önce çeşme suyu daha sonra da ultra saf suyla (Milli-Q, 18,2 M $\Omega$ -cm<sup>-1</sup>) durularak kurumaları için 40 °C'ye ayarlanmış hepa filtreli konvansiyonel etüve yerleştirilmiştir. Bidon, süzme ekipmanı, şişe ve kapakların kuruması 5 gün içerisinde tamamlanmıştır.

Motorin numunesi, TÜPRAŞ-İzmit Rafinerisinden temin edilmiş ve 0,45  $\mu$ m delik boyutuna sahip selüloz asetat membran filtre (Whatman, 10370019 GF 6) ile süzülerek 300 L lik, yüksek yoğunluklu polietilen tanka aktarılmıştır. Bidon içerisinde toplanan motorin numunesi tanktan tekrarlı boşaltma ve doldurma işlemi ile sirküle edilmek suretiyle homojenize edilmiştir. Homojenleştirmenin ardından motorin numunesi temizleme ve kurutma işleminden geçirilmiş şişelere yaklaşık 0,5 litre olacak şekilde hacimsel olarak doldurulmuştur. Hazırlanan 528 ünite dolum sırasına göre etiketlenerek referans sıcaklık değeri olan +4 °C depoya yerleştirilmiştir.

## HOMOJENLİK

Üretilen malzemenin homojenliğini değerlendirmek için kinematik viskozite, yoğunluk, damıtma (250 °C ve 350 °C'deki geri kazanım ve % 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 ve 95 geri kazanımın olduğu sıcaklık değerleri), setan indisi ve parlama noktası parametreleri üzerinde istatistiksel hesaplamalar yapılmıştır. Homojenliğin değerlendirilmesinde laboratuvarlar arası karakterizasyon çalışması verileri kullanılmıştır.

Rastgele tabakalı örnekleme yöntemiyle tüm örnekleri kapsayacak şekilde seçilen 2'şer ünite 10 tane laboratuvara gönderilmiştir. Seçilen ünitelerin her birinden tüm parametreler için 2 paralel ölçüm yapılmıştır. Ölçümler tekrarlanabilirlik koşulları altında, geçerli kılınmış yöntemler kullanılarak, analiz ve dolun sıralamasından kaynaklanabilecek olası eğilimleri ortaya çıkaracak bir yolla yapılmıştır.

Her bir parametre için örneklerin ölçümü ile elde edilen toplam 40 ölçüm sonucu yinelemesiz çift-etken varyans analizi (ANOVA) ile değerlendirilmiştir. Verilerin dağılımı ANOVA ile istatistiksel değerlendirme için önemli bir ön koşuldur; bu nedenle örnek ortalamalarının yanı sıra bireysel sonuçların dağılımları normal dağılım grafikleri kullanarak normallik için ve histogramlar kullanarak tektepelilik için kontrol edilmiştir. Tüm parametreler bireysel sonuçlar ve ortalamalar açısından yaklaşık normal bir dağılım göstermiştir ve tektepelili bir dağılım gözlenmiştir.

Veriler, herhangi bir eğilimin ve/veya aykırı değer varlığını kontrol etmek için istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. Doldurma ve ölçüm sıralamasına bağlı herhangi bir eğilim gözlemlenmemiştir. Setan indisi ve damıtma (% 5 ve 20 geri kazanım sıcaklığı) parametreleri için aykırı birer değer varlığı tespit edilmiştir (tek Grubbs testi,  $\alpha = 0,05$ ). Aykırı değerler, aşağıdaki durumlar göz önünde bulundurularak teknik açıdan değerlendirilmiştir ve bu durumlardan herhangi ikisini sağlayamadığı için değerlendirmeye alınmamıştır.

➤ Grubbs test (% 99) sonucunda aykırı olması



Sayfa 9 / 66	<b>TÜBİTAK</b> <b>ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM</b> <b>1502</b>
--------------	---	-------------------------------

- Laboratuvarın referans malzeme adayı ve kalite kontrol numunesi için tüm laboratuvar ölçüm sonuçları ortalamaları ile uyumsuz (ölçüm belirsizlikleri ile birlikte) sonuç bildirilmesi
- Laboratuvarın sağlamış olduğu 4 bağımsız sonuç üzerindeki bağıl standart sapmanın, tüm laboratuvar sonuçlarının üzerindeki bağıl standart sapmadan büyük olması

ANOVA yöntemiyle ünite içi ( $s_{wb}$ ) ve üniteler arası ( $s_{bb}$ ) homojenlik standart sapma değerleri aşağıdaki denklemler yoluyla hesaplanmıştır:

$$s_{wb} = \frac{\sqrt{MS_{within-sample(error)}}}{\bar{y}} \quad (1)$$

$MS_{within-sample(error)}$ : Çift etken ANOVA için ünite içi karelerinin ortalaması

$\bar{y}$  : Tüm sonuçların ortalaması

$s_{wb}$ , alt örneklerin tüm üniteyi temsil etmesi koşuluyla yöntemin  $s$  değerine eşittir.

$$s_{bb} = \frac{\sqrt{\frac{MS_{between-unit} - MS_{within-sample(error)}}{n}}}{\bar{y}} \quad (2)$$

$MS_{between}$  : Üniteler arası karelerinin ortalaması

$MS_{within-sample(error)}$ : Çift etken ANOVA için ünite içi karelerinin ortalaması

$\bar{y}$  : Tüm sonuçların ortalaması

$n$  : Her ünite için ölçüm sayısı

ANOVA uygulanan değişkenler için,  $s_{bb}$  homojenlikten kaynaklanan belirsizlik bileşeni ( $u_{bb}$ ) olarak alınmıştır (Tablo 1).

**Tablo 1.** Homojenlik çalışması sonuçları

Parametre	<i>S<sub>wb,rel</sub></i> (%)	<i>S<sub>bb,rel</sub></i> (%)	<i>U<sub>bb,rel</sub></i> (%)	
<b>Damıtma</b>	250 °C (%)	0,53	1,75	1,75
	350 °C (%)	0,09	0,38	0,38
	% 5 geri kazanım (°C)	0,47	1,16	1,16
	% 10 geri kazanım (°C)	0,39	1,02	1,02
	% 20 geri kazanım (°C)	0,33	0,62	0,62
	% 30 geri kazanım (°C)	0,86	0,24	0,24
	% 40 geri kazanım (°C)	0,08	0,21	0,21
	% 50 geri kazanım (°C)	0,09	0,25	0,25
	% 60 geri kazanım (°C)	0,10	0,21	0,21
	% 70 geri kazanım (°C)	0,08	0,21	0,21
	% 80 geri kazanım (°C)	0,06	0,22	0,22
	% 90 geri kazanım (°C)	0,23	0,14	0,14
	% 95 geri kazanım (°C)	0,15	0,34	0,34
Setan indisi	0,19	0,39	0,39	
Parlama Noktası (°C)	0,66	1,70	1,70	
Kinematik Viskozite (40 °C'de) (mm <sup>2</sup> /s)	0,114	0,229	0,229	
Yoğunluk (15 °C'de) (kg/m <sup>3</sup> )	0,003	0,005	0,005	

Homojenlik değerlendirmesinde kullanılan veriler grafikler halinde Ek 1'de verilmiştir.

## KARARLILIK

Kararlılık çalışmaları, sertifikalı referans malzemenin kullanıcıya gönderilmesi sırasında meydana gelebilecek çevresel şartların (kısa dönem kararlılık) ve depolama koşullarının (uzun dönem kararlılık) laboratuvarında benzer koşullar yaratılması ile gerçekleştirilmiştir.

Sayfa 11 / 66	<b>TÜBİTAK</b> <b>ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM</b> <b>1502</b>
---------------	---	-------------------------------

Kısa dönem kararlılık testi için seçilen 14 ünite ve uzun dönem kararlılık testi için seçilen 6 ünite, TRaNS (Tabakalı Rastgele Numune Seçimi) kullanılarak belirlenmiştir.

Kısa dönem kararlılık çalışmaları için test edilecek sıcaklıklar +20 °C ve +50 °C, süreler ise 1, 3 ve 4 hafta olarak belirlenmiştir. Her iki sıcaklıkta da test edilecek her bir zaman aralığı için ikişer ünite test kabinlerine koyulmuştur; toplam 6 ünite +20 °C'ye ve 6 ünite + 50 °C'ye yerleştirilmiştir. Kararlılık testinde referans nokta için ise 2 ünite örnek ayrılmış olup bu üniteler doğrudan referans sıcaklığı olan +4 °C'ye yerleştirilmiştir. Her bir test süresinin sonunda her iki sıcaklık ortamından 2'şer ünite referans sıcaklığa aktarılmıştır. Dört haftalık test süresi sonunda referans sıcaklığa aktarılan bütün üniteler, referans ünitelerle birlikte aynı zamanda ölçümü gerçekleştirilmiştir. Ölçümler OMV-Petrol Ofisi AŞ. Haramidere laboratuvarınca gerçekleştirilmiştir.

Uzun dönem kararlılık çalışmaları için, toplam 6 şişe ayrılarak oda sıcaklığında, (20 ± 4) °C, 0, 12, 21 hafta süre ile muhafaza edilmiştir. Kısa dönem kararlılık çalışmasında olduğu gibi her bir sürenin sonunda oda sıcaklığından 2 şişe referans sıcaklığa transfer edilmiş olup, tüm ünitelerin analizi aynı zamanda gerçekleştirilmiştir. Ölçümler Karadeniz Teknik Üniversitesi Prof. Dr. Saadettin Güner Yakıt Uygulama Araştırma Merkezince gerçekleştirilmiştir.

#### **Kısa Dönem Kararlılık Çalışması Sonuçları:**

Ölçüm sonuçları öncelikle aynı zaman noktalarına göre gruplandırılmıştır ve her bir zaman noktası için değerlendirme yapılmıştır. Bu değerlendirmeler her iki sıcaklık için ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir.

Her bir noktadaki değerler, Grubbs testi uygulanarak hem % 95 hem de % 99 güvenilirlik seviyesinde aykırı değerler açısından incelenmiştir. Her bir zaman noktası için hesaplanan değerlerin zamana karşı grafiği çizilmiş ve zamana karşı derişim değerlerinde herhangi anlamlı bir deęişim olup olmadığının belirlenmesi için deęişkenler arasındaki ilişki analiz edilmiştir (regression analysis). Hesaplanan eğimler, anlamlılık açısından *t*-test kullanılarak test edilmiştir. Burada  $\alpha = 0,05$  (% 95 güvenilirlik seviyesi) anlamlılık derecesi için çift kuyruklu kritik *t* değeri olarak  $t_{\alpha,df}$  kullanılmıştır. İlgili grafikler Ek 2'de verilmiştir.

Grubbs testi uygulanarak verilerin istatistiksel deęerlendirmelerinde hiçbir parametre için aykırı bir deęer tespit edilmemiştir. Depolama zamanına karşı çizilen derişim verilerinden aralarındaki uyumun varlığına ilişkin deęerlendirme için uyum çizgisi çizilmiştir. Bütün parametreler için çizilen eğim çizgileri için uygulanan *t*-test sonucunda, hiçbir eğimin sıfırdan farklı olmadığı tespit edilmiştir. + 20 °C ve + 50 °C'de gerçekleştirilen kısa dönem kararlılık çalışmalarının veri deęerlendirme sonuçları Tablo 2'de verilmiştir.

**Tablo 2.** Kısa dönem kararlılık testleri sonuçları

Parametre		+20 °C için çizilen grafiğin eğimi % 95 ve % 99 güvenilirlik seviyesinde anlamlı derecede sıfırdan farklı mı?	Aykırı Değer*	+50 °C için çizilen grafiğin eğimi % 95 ve % 99 güvenilirlik seviyesinde anlamlı derecede sıfırdan farklı mı?	Aykırı Değer*
<b>Damıtma</b>	250 °C (%)	Hayır	-	Hayır	-
	350 °C (%)	Hayır	-	Hayır	-
	% 5 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
	% 10 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
	% 20 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
	% 30 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
	% 40 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
	% 50 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
	% 60 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
	% 70 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
	% 80 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
	% 90 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
	% 95 geri kazanım (°C)	Hayır	-	Hayır	-
<b>Setan indisi</b>		Hayır	-	Hayır	-
<b>Parlama Noktası (°C)</b>		Hayır	-	Hayır	-
<b>Kinematik Viskozite (40 °C'de) (mm<sup>2</sup>/s)</b>		Hayır	-	Hayır	-
<b>Yoğunluk (15 °C'de) (kg/m<sup>3</sup>)</b>		Hayır	-	Hayır	-

\*SGT: Tek Grubbs Testi

Yapılan değerlendirme sonucunda, üretilen sertifikalı referans malzemenin 4 hafta süre ile hem +20 °C hem de +50 °C'de kararlı olduğu görülmüştür. Sonuç olarak, örnekler sıcaklığın +50 °C'yi ve sürenin 4

Sayfa 13 / 66	<b>TÜBİTAK</b> <b>ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM</b> <b>1502</b>
---------------	---	-------------------------------

haftayı geçmemesi koşulu ile son kullanıcıya herhangi bir soğutma uygulaması yapılmadan ulaştırılabileceği sonucuna varılmıştır.

### **Uzun Dönem Kararlılık Sonuçları:**

Üretilen SRM'nin raf ömrü, uzun dönem kararlılık çalışmaları sonuçlarına göre belirlenir. Uzun dönem kararlılık değerlendirmeleri için +4 °C referans sıcaklıktan +20 °C test sıcaklığına 2'şer adet numunenin aktarılıp 12 ve 21 hafta boyunca bekletilmiştir. Daha sonra bu numuneler +4 °C referans sıcaklıkta bekletilen 2 adet numune ile eş zamanlı olarak ölçüme tabi tutulmuştur.

Her bir zaman noktası için, her bir şişede 2 paralel ölçüm gerçekleştirilmiş olup o noktadaki değerler belirlenmiştir. Her bir noktada bulunan toplam 4 değer ortalaması Ek 3'te grafikte verilmiştir. Her bir noktaya ait hata çizgileri, bulunan 4 değer standart sapması olarak verilmiştir.

Grubbs test uygulandığında, hiçbir parametrede aykırı değer tespit edilmemiştir.

Bulunan değerler zamana karşı çizilmiş aralarındaki uyum belirlenmiştir. Üretilen malzemenin raf ömrünün de belirlenmesine dahil edilecek olan uzun dönem kararlılıktan kaynaklanan belirsizlik değeri,  $u_{lts}$  [6], şu şekilde hesaplanır:

$$u_{lts} = \frac{RSD}{\sqrt{\sum(t_i - \bar{t})^2}} \times t$$

Burada

$RSD$  : Kararlılık çalışmasında elde edilen bütün sonuçların bağıl standart sapması

$t_i$  : Her bir paralel için zaman noktası

$\bar{t}$  : Bütün zaman noktalarının ortalaması

$t$  : +20 °C'de önerilen raf ömrü

Uzun dönem kararlılıktan kaynaklanan ve atanmış değer belirsizliğine katkısı,  $u_{lts}$  +20 °C'de 12 ay için hesaplanmıştır. Bu, atanmış değer belirsizlik bütçesine katkı yapan 3 parametresinden biridir. Sonuçlar Tablo 3'te verilmiştir. Grafikler Ek 3'te verilmiştir.

**Tablo 3.** 12 ay raf ömrü için uzun dönem kararlılık testi sonuçları

Parametre		+20 °C'de zamana karşı hesaplanan parametre değerleri ile çizilen grafiğin eğimi anlamlı derecede sıfırdan farklı mı?*	+20 °C'de 12 aylık raf ömrü için $U_{ts,rel}$ (%)
<b>Damıtma</b>	250 °C (%)	Hayır	3,99
	350 °C (%)	Hayır	1,00
	% 5 geri kazanım (°C)	Hayır	3,13
	% 10 geri kazanım (°C)	Hayır	1,55
	% 20 geri kazanım (°C)	Hayır	1,95
	% 30 geri kazanım (°C)	Hayır	1,02
	% 40 geri kazanım (°C)	Hayır	0,46
	% 50 geri kazanım (°C)	Hayır	0,50
	% 60 geri kazanım (°C)	Hayır	0,35
	% 70 geri kazanım (°C)	Hayır	0,59
	% 80 geri kazanım (°C)	Hayır	0,45
	% 90 geri kazanım (°C)	Hayır	0,72
	% 95 geri kazanım (°C)	Hayır	0,53
Setan İndisi		Hayır	1,27
Parlama Noktası (°C)		Hayır	1,64
Kinematik Viskozite (40 °C'de) (mm <sup>2</sup> /s)		Hayır	0,171
Yoğunluk (15 °C'de) (kg/m <sup>3</sup> )		Hayır	0,0012

\* Veriler %95 güvenilirlik seviyesinde değerlendirilmiştir.

Elde edilen sonuçlara göre malzemenin 12 ay süresince +20 °C'de muhafaza edilebileceği tespit edilmiştir. Buna ek olarak belirlenen raf ömrünün sonrasındaki kararlılığı güvence altına almak için düzenli sertifikalandırma sonrası izleme ölçümleri yapılarak belli dönemlerde tekrar değerlendirmeler yapılacaktır.

Sayfa 15 / 66	<b>TÜBİTAK</b> <b>ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM</b> <b>1502</b>
---------------	---	-------------------------------

## KARAKTERİZASYON

ISO Guide 34 rehberine göre karakterizasyon ve değer atama çeşitli yollardan yapılabilir. Bu projede damıtma (250 °C ve 350 °C'deki geri kazanım ve %5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 ve 95 geri kazanımın olduğu sıcaklık değerleri), setan indisi, parlama noktası, kinematik viskozite (40 °C'de) ve yoğunluk (15 °C'de) parametreleri için malzemenin karakterizasyonu laboratuvarlararası karşılaştırma yöntemi ile yapılmıştır. Katılımcı laboratuvarların seçim kriterleri; söz konusu parametreleri ölçmedeki uzmanlıklarını, aynı ya da benzer numunelerin analizleri için akredite olmalarını, ilgili alanlarda yeterlik testlerine katılımları ile başarılı sonuçlar elde etmelerini ve laboratuvar kalite yönetim sistemi uygulamalarını içermektedir. Bu çalışma için ulusal laboratuvarlarla bağlantı kurulmuştur. Tüm katılımcı laboratuvarların motorinde parametre ölçümleri kapsamında ISO/IEC 17025'e [7] göre akreditasyonları veya yetkinlikleri mevcuttur. Laboratuvarlardan geçerli kılınmış/doğrulanmış metotlar kullanmaları istenmiştir.

Katılımcı laboratuvarlara ikişer ünite numune gönderilmiş olup bu ünitelerin seçimi tüm üretilen partiyi temsil edecek şekilde TRaNS programı ile yapılmıştır. Laboratuvarlardan her üniteyi ayrı numune olarak muamele etmeleri ve her üniteden her bir parametre için 2 paralel ölçüm sonucu raporlamaları istenmiştir. Laboratuvarlar, 2 ünite için ölçüm belirsizlikleri ve bunun için benimsedikleri yaklaşımla beraber her bir parametre için 4'er bağımsız sonuç raporlamıştır. Ayrıca gerçekleştirdikleri ölçümlerin izlenebilirliklerini garanti altına almak için kalibrasyonda kullandıkları referans malzemelerin detayları da laboratuvarlardan istenmiştir. Laboratuvarların kodları ve kullandıkları metotlar Tablo 4'de özetlenmiştir.

Laboratuvarlar arası karşılaştırma yöntemiyle yapılan karakterizasyon çalışmasından kaynaklanan belirsizlik,  $u_{char}$ , sertifika belirsizlik değerini hesaplarken dikkate alınmıştır. Karakterizasyon belirsizliği,  $u_{char}$ , aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır.

$$u_{char} = \frac{SS}{\sqrt{n}}$$

$u_{char}$  : Karakterizasyondan kaynaklanan belirsizlik

$SS$  : Kabul edilmiş katılımcı laboratuvar sonuçlarının ortalamasının standart sapması

$n$  : Laboratuvarlar arası çalışmaya katılmış olan ve sonucu kabul edilmiş laboratuvar sayısı

**Tablo 4:** Laboratuvarlar tarafından kullanılan metotlar

	LAB 1	LAB 2	LAB 3	LAB 4	LAB 5	LAB 6	LAB 7	LAB 8	LAB 9	LAB 10	LAB 11
<b>Damıtma</b>	M1	M1	M1	M1	M1	M1	M1	M1	M1	M1	
<b>Setan İndisi</b>	M2	M2	M2	M2	M2	M2	M2	M2	M2	M2	
<b>Parlama Noktası (°C)</b>	M3	M3	M3	M3	M3	M3	M3	M3	M3	M3	
<b>Kinematik Viskozite (40 °C'de) (mm<sup>2</sup>/s)</b>	M4	M4	M4	M4	M4	M4	M4	M4	M4	M4	M4
<b>Yoğunluk (15 °C'de) (kg/m<sup>3</sup>)</b>	M5	M5	M5	M5	M5	M5	M5	M5	M5	M5	M5

M1: TS EN ISO 3405

M2: TS EN ISO 4264

M3: TS EN ISO 2719

M4: TS 1451 EN ISO 3104/T1

M5: TS EN ISO 12185

### ÖZELLİK DEĞERLERİNİN VE BELİRSİZLİKLERİNİN ATANMASI

Laboratuvarlardan veri seti kabul edilip teknik olarak değerlendirilir. Laboratuvarın ölçümleri hakkında teknik problem raporlaması durumunda veri seti değerlendirmeye alınmaz. Veriler aşağıda belirtilmiş durumlardan herhangi ikisini sağlayamadığı durumda da değerlendirmeye alınmaz: Aşağıdaki durumlar göz önünde bulundurularak damıtma % 5, % 20 geri kazanım sıcaklığı ve setan indisi parametreleri için bir laboratuvarın sonuçları değerlendirmeye dahil edilmemiştir.

- Grubbs test (% 99) sonucunda aykırı olması
- Laboratuvarın referans malzeme adayı ve kalite kontrol numunesi için tüm laboratuvar ölçüm sonuçları ortalamaları ile uyumsuz (ölçüm belirsizlikleri ile birlikte) sonuç bildirilmesi
- Laboratuvarın sağlamış olduğu 4 bağımsız sonuç üzerindeki bağıl standart sapmanın, tüm laboratuvar sonuçlarının üzerindeki bağıl standart sapmadan büyük olması

Karakterizasyon ölçüm verilerine ait grafikler de Ek 4' te verilmiştir.

Karakterizasyon çalışması ile elde edilen sertifika değerleri Tablo 5'te verilmiştir. Her bir parametre için belirlenmiş sertifika değeri değerlendirmeye kabul edilen tüm laboratuvar sonuçlarının ortalaması olarak hesaplanmıştır.

Sertifika değerleri ile birlikte raporlanan belirsizlik, karakterizasyon,  $u_{char}$ , homojenlik,  $u_{bb}$ , ve uzun dönem kararlılıktan gelen belirsizliği,  $u_{lts}$ , içermektedir.

Bu farklı parametrelerin CRM belirsizliğine yansıtılması aşağıda verilen eşitlik kullanarak yapılmıştır:



Sayfa 17 / 66	<b>TÜBİTAK</b> <b>ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM</b> <b>1502</b>
---------------	---	-------------------------------

$$U_{CRM} = k \cdot \sqrt{u_{char}^2 + u_{bb}^2 + u_{ls}^2}$$

Sertifika değeri üzerindeki genişletilmiş belirsizlik değeri yaklaşık olarak % 95 güvenilirlik aralığını temsil eden kapsam faktörü,  $k=2$  temel alınarak hesaplanmıştır ve Ek 4'te verilen grafiklerde kesikli çizgilerin arasında kalan alan olarak gösterilmiştir. Sertifika değerleri ve belirsizlikleri Tablo 5'te, her bir parametrenin sertifika değeri üzerindeki belirsizliğe yapmış olduğu yüzde katkısı ise Tablo 6'da verilmiştir.

Sertifikalandırılmış değerlerin haricinde soğuk filtre tıkanma noktası parametresi için 10 adet laboratuvarın iki'şer üniteden ikişer bağımsız ölçüm gerçekleştirerek elde ettikleri sonuçların ortalaması alınarak bilgilendirme amaçlı değer olarak Tablo 7'de sunulmuştur.

Tablo 5. Sertifika değerleri ve belirsizlikleri

Parametre	Sertifika değeri	$U_{CRM}$	$u_{bb,rel}$ (%)	$u_{ts,rel}$ (%)	$u_{char,rel}$ (%)	$n_{char}$	$U_{CRM,rel}$ (%)	
Damıtma	250 °C (%)	27,0	2,4	1,75	3,99	0,73	10	8,9
	350 °C (%)	93,8	2,1	0,38	1,00	0,12	10	2,2
	% 5 geri kazanım (°C)	191,3	12,9	1,16	3,13	0,40	9	6,8
	% 10 geri kazanım (°C)	209,4	7,9	1,02	1,55	0,30	10	3,8
	% 20 geri kazanım (°C)	235,9	9,8	0,62	1,95	0,22	9	4,2
	% 30 geri kazanım (°C)	255,5	5,4	0,24	1,02	0,12	10	2,2
	% 40 geri kazanım (°C)	270,9	2,8	0,21	0,46	0,07	10	1,1
	% 50 geri kazanım (°C)	283,5	3,3	0,25	0,50	0,08	10	1,2
	% 60 geri kazanım (°C)	295,2	2,5	0,21	0,35	0,07	10	0,9
	% 70 geri kazanım (°C)	307,1	3,9	0,21	0,59	0,07	10	1,3
	% 80 geri kazanım (°C)	320,8	3,3	0,22	0,45	0,07	10	1,1
	% 90 geri kazanım (°C)	339,8	5,1	0,14	0,72	0,07	10	1,5
	% 95 geri kazanım (°C)	354,4	4,6	0,34	0,53	0,11	10	1,3
Setan İndisi	56,8	1,6	0,39	1,27	0,14	9	2,7	
Parlama Noktası (°C)	61,9	3,1	1,70	1,64	0,56	10	4,9	
Kinematik Viskozite (40 °C'de) (mm <sup>2</sup> /s)	3,081	0,019	0,229	0,171	0,084	11	0,60	
Yoğunluk (15 °C'de) (kg/m <sup>3</sup> )	832,09	0,09	0,005	0,0012	0,002	11	0,01	

**Tablo 6.**  $U_{CRM}$  değerini oluşturan her bir parametrenin değere yüzde katkısı

Parametre	$U_{bb,rel}$ (%)	$U_{ts,rel}$ (%)	$U_{char,rel}$ (%)
250 °C (%)	27,1	61,7	11,2
350 °C (%)	25,5	66,4	8,1
% 5 geri kazanım (°C)	24,7	66,8	8,5
% 10 geri kazanım (°C)	35,5	53,9	10,6
% 20 geri kazanım (°C)	22,2	69,9	7,9
% 30 geri kazanım (°C)	17,1	74,3	8,6
% 40 geri kazanım (°C)	28,4	62,3	9,3
% 50 geri kazanım (°C)	30,4	60,1	9,5
% 60 geri kazanım (°C)	33,2	55,7	11,1
% 70 geri kazanım (°C)	24,2	67,9	7,9
% 80 geri kazanım (°C)	29,9	60,4	9,7
% 90 geri kazanım (°C)	15,0	77,7	7,3
% 95 geri kazanım (°C)	35,0	53,4	11,6
Setan İndisi	21,6	70,7	7,7
Parlama Noktası (°C)	43,6	42,1	14,3
Kinematik Viskozite (40 °C'de) (mm <sup>2</sup> /s)	47,2	35,4	17,4
Yoğunluk (15 °C'de) (kg/m <sup>3</sup> )	61,1	16,3	22,6

**Tablo 7.** Bilgilendirme amaçlı değer

Parametre	Değer
Soğuk Filtre Tıkanma Noktası (CFPP) (°C)	-5,6

**DEĞİŞTİRİLEBİLİRLİK**

Değiştirilebilirlik (commutability) referans malzeme ve temsil ettiği rutin örneklerin ölçümünde kullanılacak farklı ölçüm yöntemlerince üretilen sonuçlar arasındaki eşitliğin matematiksel ilişkisidir [8]. Bu çalışmada gerçekleştirilen ölçümler yöntemle bağlıdır ve ölçümü yapılan parametreler için farklı ölçüm yöntemleri ile elde edilmiş sonuçlar söz konusu değildir.

Referans malzemenin üretiminde kullanılan motorin genel sağlayıcı bir akaryakıt üretim tesisinden temin edilmiştir, bu sebeple benzer özelliklerdeki diğer rutin motorin örneklerini temsil ettiği söylenebilir.

**İZLENEBİLİRLİK**

Sertifikalı referans malzemedeki damıtma (250 °C ve 350 °C'deki geri kazanım ve % 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 ve 95 geri kazanımın olduğu sıcaklık değerleri), setan indisi, parlama noktası, yoğunluk (15 °C'de) ve kinematik viskozite (40 °C'de) metoda bağlı olarak ölçülebilen parametrelerdir ve TS EN ISO 3405 (damıtma) [9], TS EN ISO 4264 (setan indisi) [10], TS EN ISO 2719 (parlama noktası) [11], TS 1451 EN ISO 3104/T1 (kinematik viskozite) [12], TS EN ISO 12185 (yoğunluk) [13] metotlarında belirtilen prosedürlerin tam olarak uygulanması ile elde edilebilirler. SRM için atanmış sertifika değerleri metoda bağlı dolayısıyla operasyonel tanımlıdır. Elde edilen sonuçların izlenebilirliği çalışmaya katılan tüm laboratuvarların kullandıkları cihaz ve ekipmanların kalibrasyon ve doğrulamasını SI izlenebilir araçlar (kalibratörler, referans malzemeler) kullanmaları ile mümkün olmuştur.

**KULLANIM TALİMATI****Saklama koşulları**

Malzeme (20 ± 4) °C sıcaklıkta, ışık görmeyen ve temiz bir ortamda saklanmalıdır. Söz konusu olabilecek herhangi bir kirliliği önlemek adına şişenin temiz ortam şartları altında açılması, şişe içine hiçbir şey sokulmaması ve şişe kapağının uzun süre açık bırakılmaması gerekmektedir.

**En az örnek alım miktarı**

Ölçümü yaparken kullanılan standart metotlarda belirtilen miktarda numune alınarak ölçüm gerçekleştirilmelidir. Damıtma tüm ölçümler için TS EN ISO 3405 [9], setan indisi için TS EN ISO 4264 [10], parlama noktası için TS EN ISO 2719 [11], kinematik viskozite için TS 1451 EN ISO 3104/T1 [12] ve yoğunluk için TS EN ISO 12185 [13] standart metotları dikkate alınmalıdır.

**Güvenlik önlemleri**

Malzeme motorin içermektedir. Malzemenin mevcut olan güvenlik kurallarına göre kullanımı ve atılması önemle tavsiye edilir. Malzeme ile çalışırken çeker ocak ve/veya uygun maske kullanımı gibi koruyucu önlemlerin alınması önerilmektedir. Yanıcı parlayıcı malzemelere yönelik önlemler bu malzeme için de geçerlidir. Malzemenin kullanımı ve atılması konularında daha detaylı bilgi Güvenlik Bilgi Formu'nda bulunabilir.

### **Kullanım Amacı**

Bu malzeme, motorinde kinematik viskozite (40 °C'de), yoğunluk (15 °C'de), damıtma (250 °C ve 350 °C'deki geri kazanım ve %5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 ve 95 geri kazanımın olduğu sıcaklık değerleri), setan indisi ve parlama noktası parametrelerinin ölçümüne yönelik metot geliştirme, metot geçerli kılma ve doğrulama (verifikasyon) çalışmalarında ve kalite kontrol amacıyla kullanılabilir.

Metot başarımının tespiti için ölçülen değerler, sertifikalandırılan değer ile kıyaslanabilir [9]. Kıyaslama yöntemi kısaca aşağıdaki gibi özetlenebilir:

- Ölçülen değerlerin ortalaması ile sertifikalandırılan değer arasındaki fark hesaplanır ( $\Delta_m$ ).
- Ölçüm belirsizliği ( $u_{meas}$ ) ile sertifikalandırılmış değer ( $u_{CRM}$ ) belirsizliği birleştirilir:

$$u_{\Delta} = \sqrt{u_{meas}^2 + u_{CRM}^2}$$

- Genişletilmiş ölçüm belirsizliği ( $U_{\Delta}$ ), standart ölçüm belirsizliğinin ( $u_{\Delta}$ ), normal dağılım için yaklaşık % 95 güvenilirlik seviyesini sağlayan  $k = 2$  kapsam faktörü ile çarpılarak belirlenir.

$$U_{\Delta} = 2u_{\Delta}$$

Eğer  $\Delta_m \leq U_{\Delta}$  ise, ölçülen büyüklük ile sertifika değeri arasında % 95 güvenilirlik seviyesinde anlamlı bir fark olmadığı sonucuna ulaşılır.

### **KAYNAKLAR**

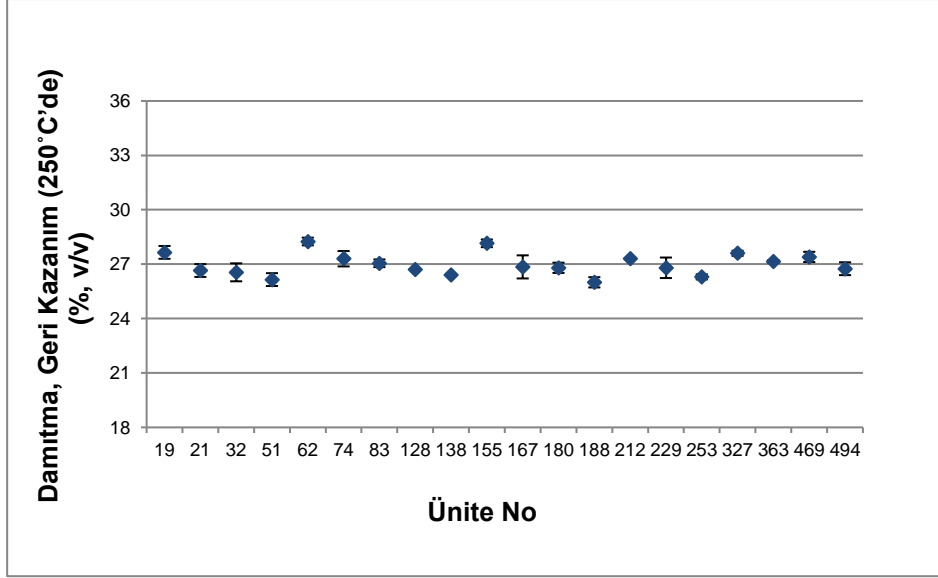
- [1] BS EN 590:1993, Specification for automotive diesel fuel, 1993.
- [2] Directive 98/70/EC, quality of petrol and diesel fuels, 1998.
- [3] ISO Guide 34, General requirements for the competence of reference material producers, 2009
- [4] ISO Guide 35, Reference materials - General and statistical principles for certification, 2006
- [5] TS EN 590, Otomotiv yakıtları - Dizel (motorin) - Gereklere ve deney yöntemleri, 2014.

Sayfa 22 / 66	<b>TÜBİTAK</b> <b>ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ</b>	<b>UME CRM</b> <b>1502</b>
---------------	---	-------------------------------

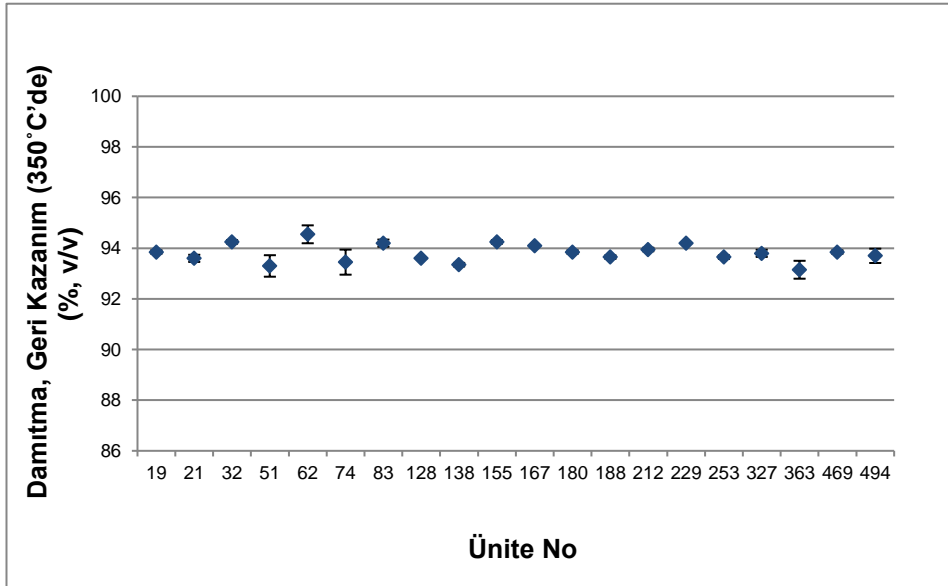
- [6] T. P. J. Linsinger, J. Pauwels, A. Lamberty, H. Schimmel, A. M. H. van der Veen, L. Siekmann, Estimating the uncertainty of stability for matrix CRMs, Fresenius J Anal. Chem. 370, 183–188, 2001.
- [7] ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories, 2005
- [8] H. Vesper, H. Emons, M. Gnezda, C. P. Jain, W. G. Miller, R. Rej, G. Schumann, J. Tate, L. Thienpont, J. E. Vaks, Characterization and Qualification of Commutable Reference Materials for Laboratory Medicine; Approved Guideline, CLSI document C53-A, Clinical and Laboratory Standards Institute, Wayne, PA, USA, 2010.
- [9] TS EN ISO 3405, Petrol ürünleri-Atmosfer basıncında damıtma özelliklerinin tayini, 2004
- [10] TS EN ISO 4264, Petrol ürünleri-Orta Damıtık Yakıtlar- Dört değişkenli eşitlik yardımıyla setan indisi tayini, 2008
- [11] TS EN ISO 2719, Petrol ürünleri ve yağlayıcılar-Parlama noktası tayini-Pensky martens kapalı kap metodu, 2006
- [12] TS 1451 EN ISO 3104/T1, Petrol ürünleri-Saydam ve opak sıvılar-Kinematik viskozite tayini ve dinamik viskozitenin hesaplanması, 2005
- [13] TS EN ISO 12185, Ham petrol ve petrol ürünleri - Yoğunluk tayini - salınım yapan u-Tüpü yöntemi, 2007

## REVİZYON TARİHÇESİ

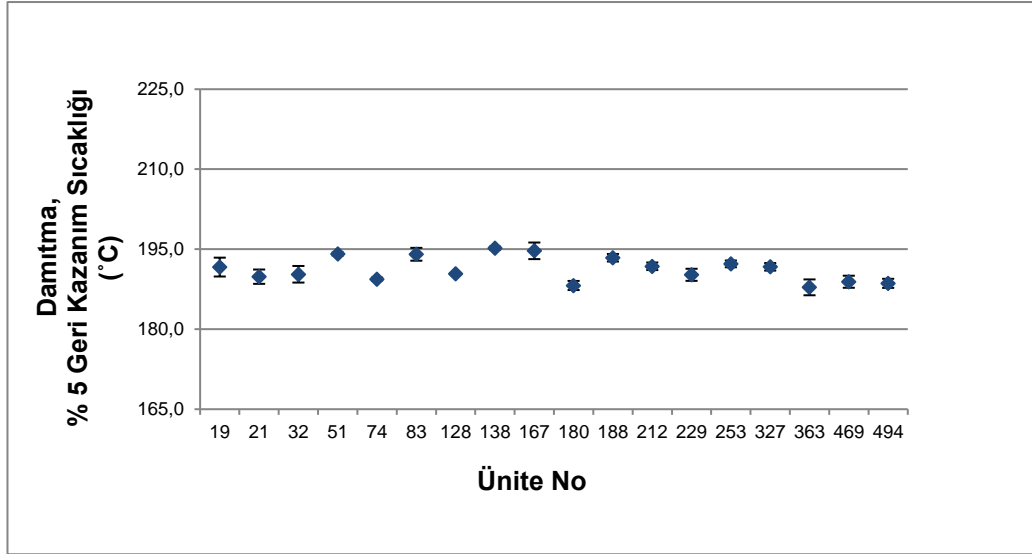
Tarih	Açıklama
18.05.2016	İlk yayın
08.11.2018	Tablo 1'de ortalama değer bölümü çıkarıldı, damıtma % 30 ve % 90 Geri Kazanım sıcaklığı için $U_{bb,rel}$ değerleri güncellendi. Tablo 5'te Damıtma 250 °C'de Geri Kazanım, % 30 ve % 90 Geri Kazanım Sıcaklıkları için $U_{bb,rel}$ , $U_{CRM}$ ve $U_{CRM,rel}$ değerleri güncellendi. Atanmış değerler ile $U_{CRM}$ ve $U_{CRM,rel}$ değerlerinin anlamlı sayıları güncellendi. Tablo 6'da tüm değerler güncellendi.

**Ek 1. Homojenlik Çalışmaları için Grafikler**

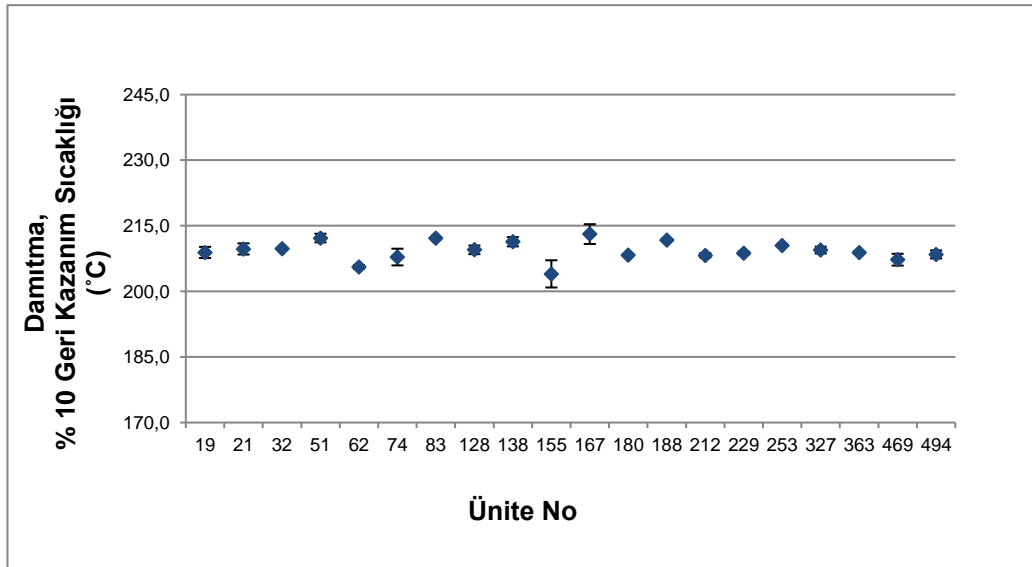
Şekil 1. UME CRM 1502 Damıtma, 250 °C'deki Geri Kazanım, Homojenlik



Şekil 2. UME CRM 1502 Damıtma, 350 °C'deki Geri Kazanım, Homojenlik

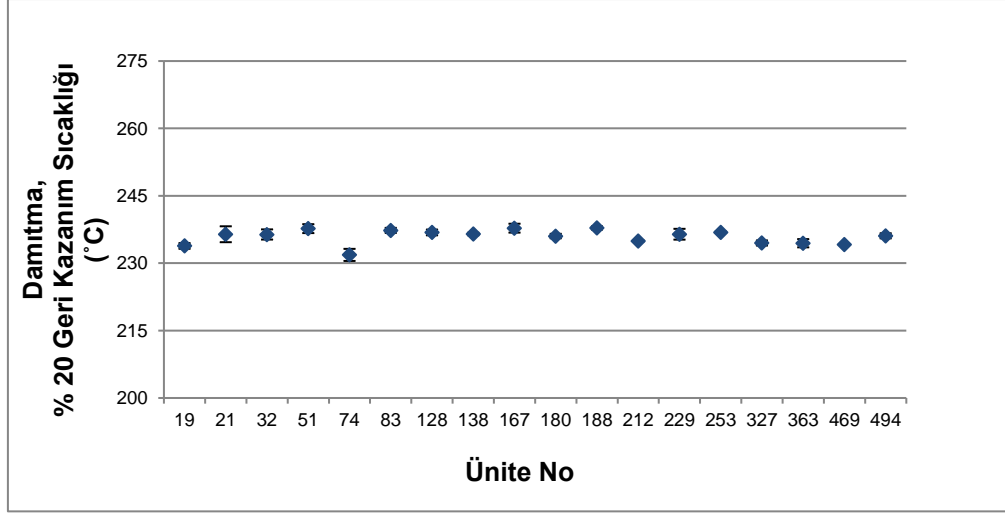


Şekil 3. UME CRM 1502 Damıtma, % 5 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik

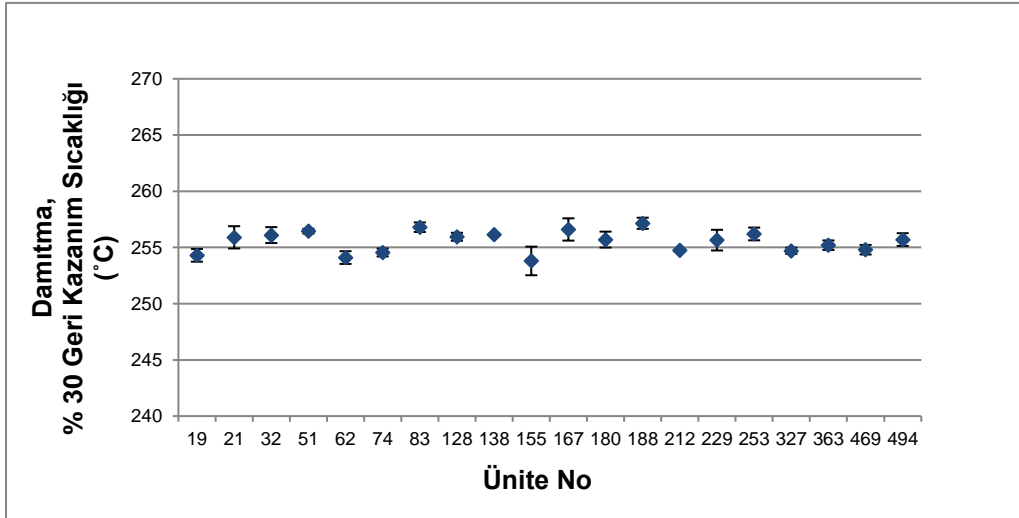


Şekil 4. UME CRM 1502 Damıtma, % 10 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik

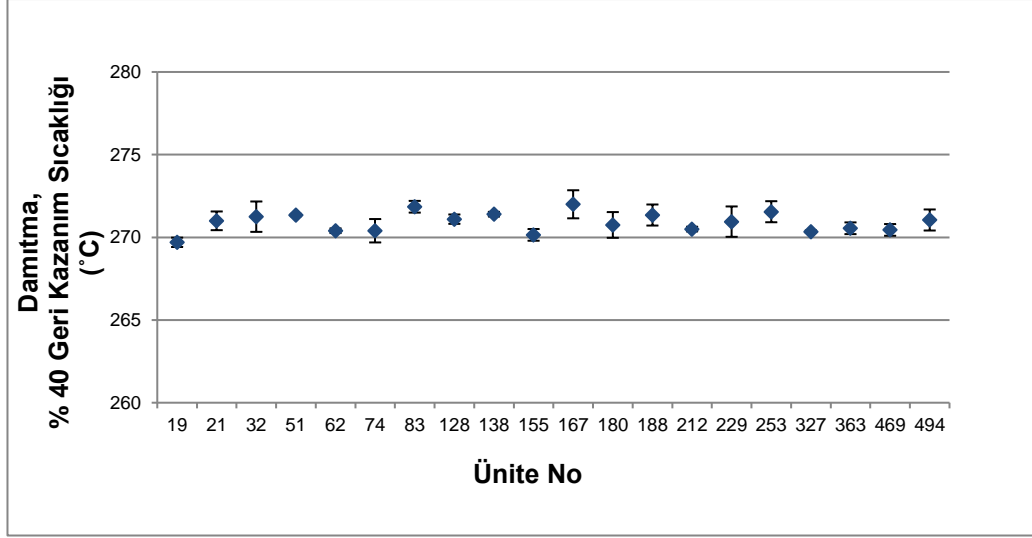




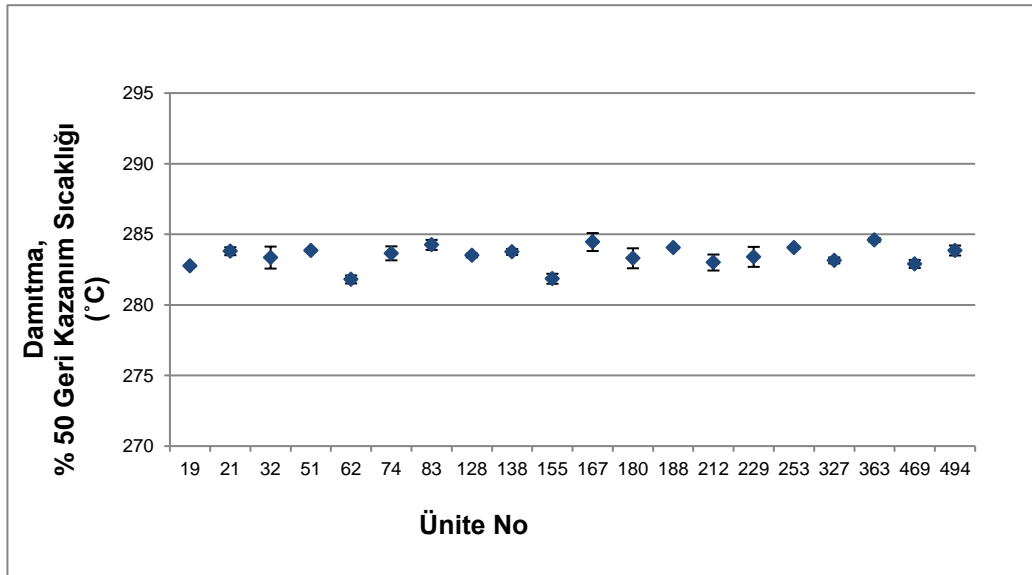
Şekil 5. UME CRM 1502 Damıtma, % 20 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik



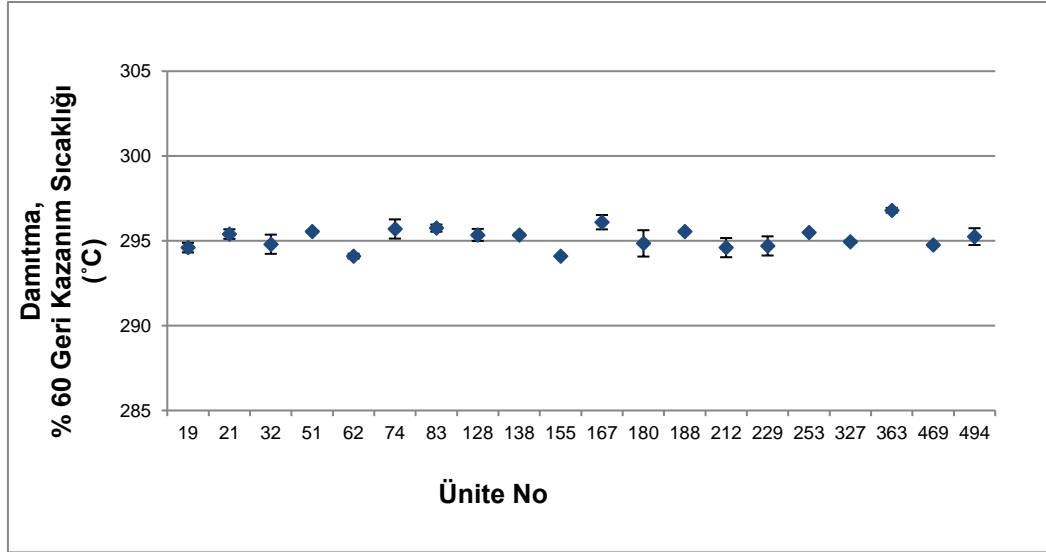
Şekil 6. UME CRM 1502 Damıtma, % 30 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik



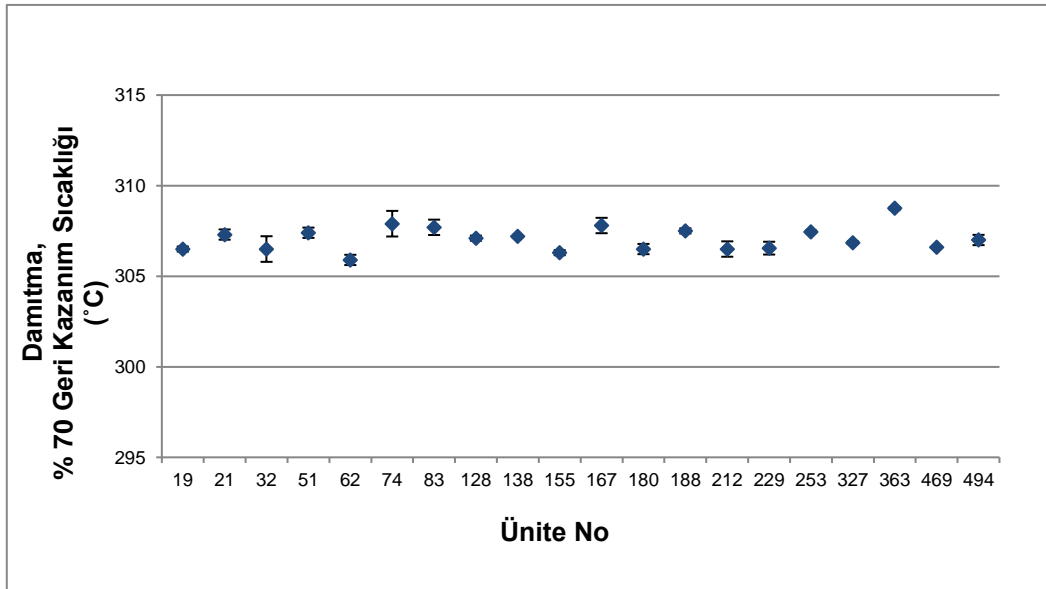
Şekil 7. UME CRM 1502 Damıtma, % 40 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik



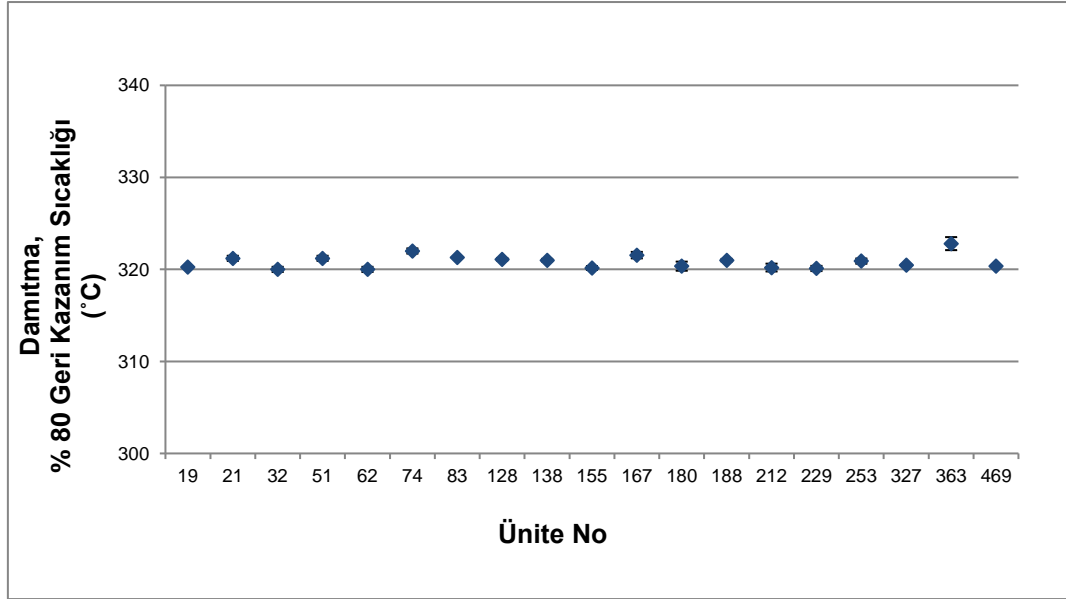
Şekil 8. UME CRM 1502 Damıtma, % 50 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik



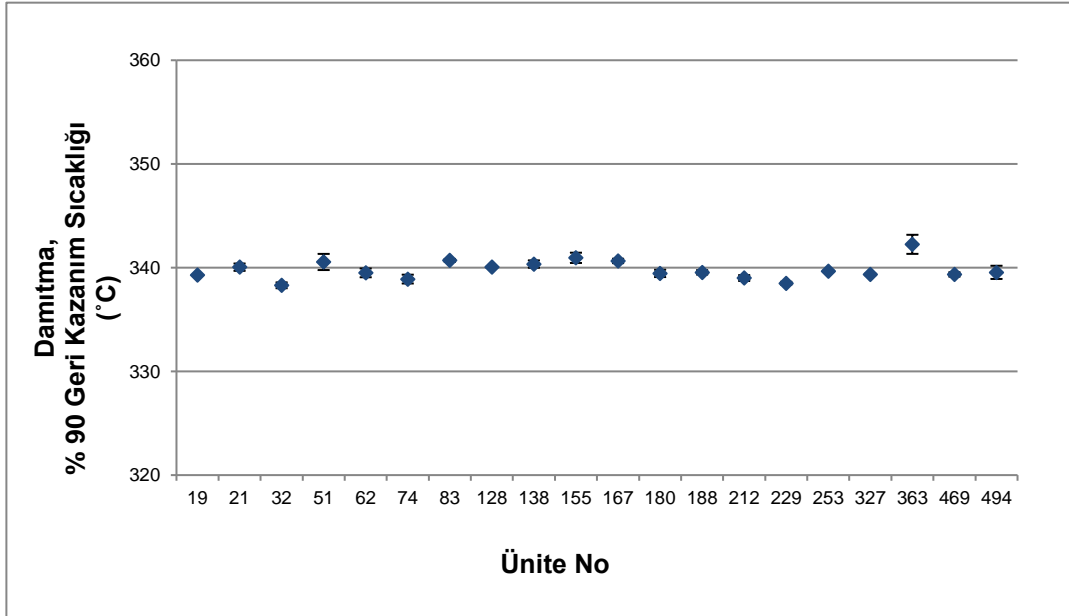
Şekil 9. UME CRM 1502 Damıtma, % 60 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik



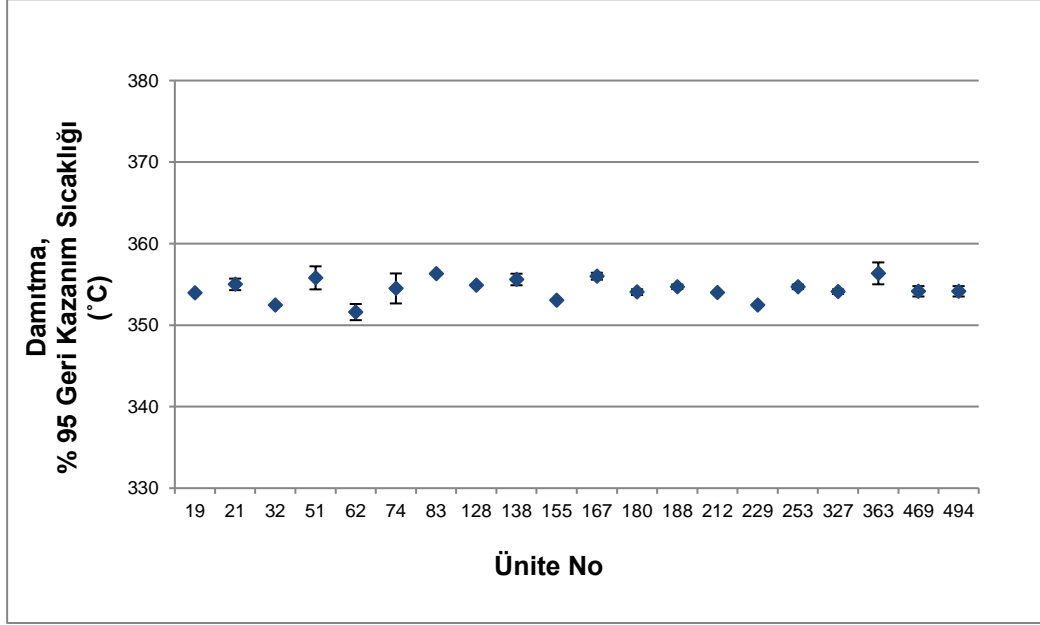
Şekil 10. UME CRM 1502 Damıtma, % 70 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik



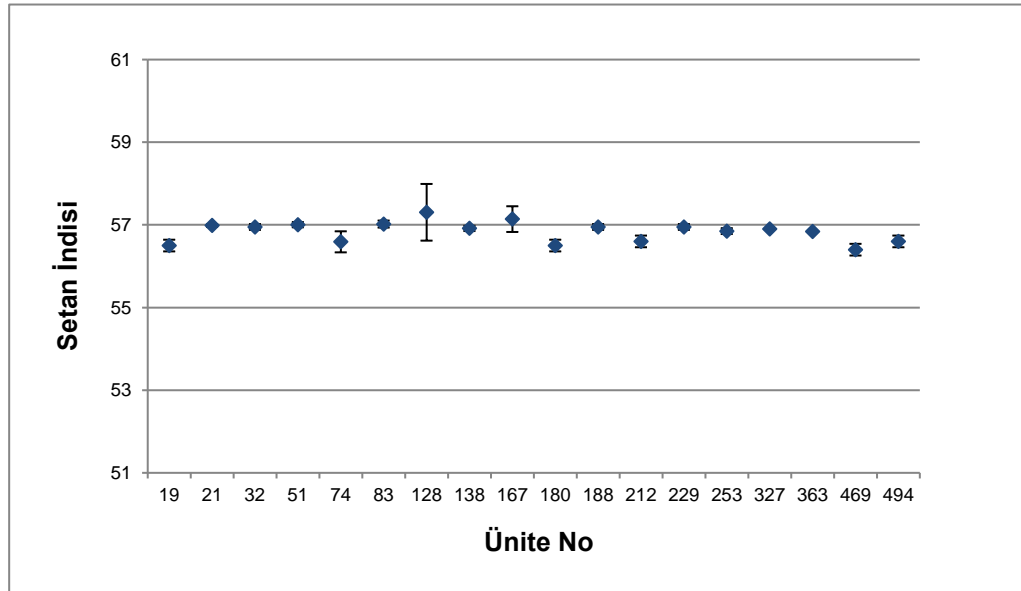
Şekil 11. UME CRM 1502 Damıtma, % 80 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik



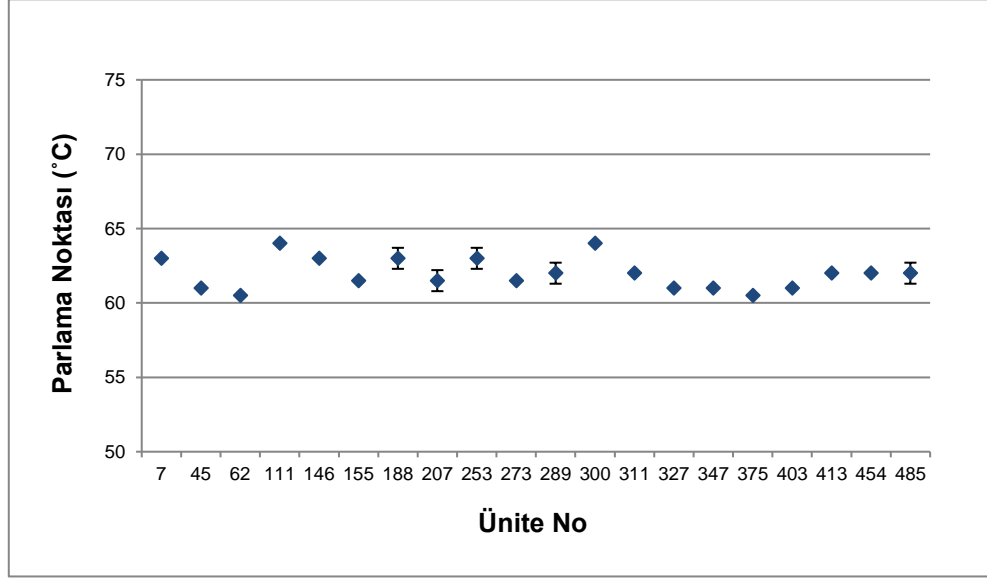
Şekil 12. UME CRM 1502 Damıtma, % 90 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik



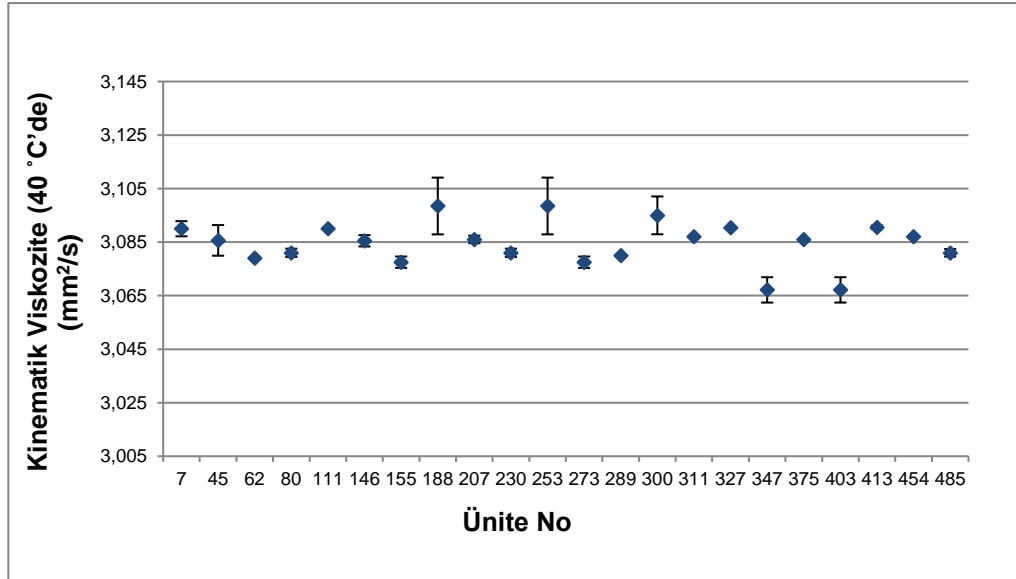
Şekil 13. UME CRM 1502 Damıtma, % 95 Geri Kazanım Sıcaklığı, Homojenlik



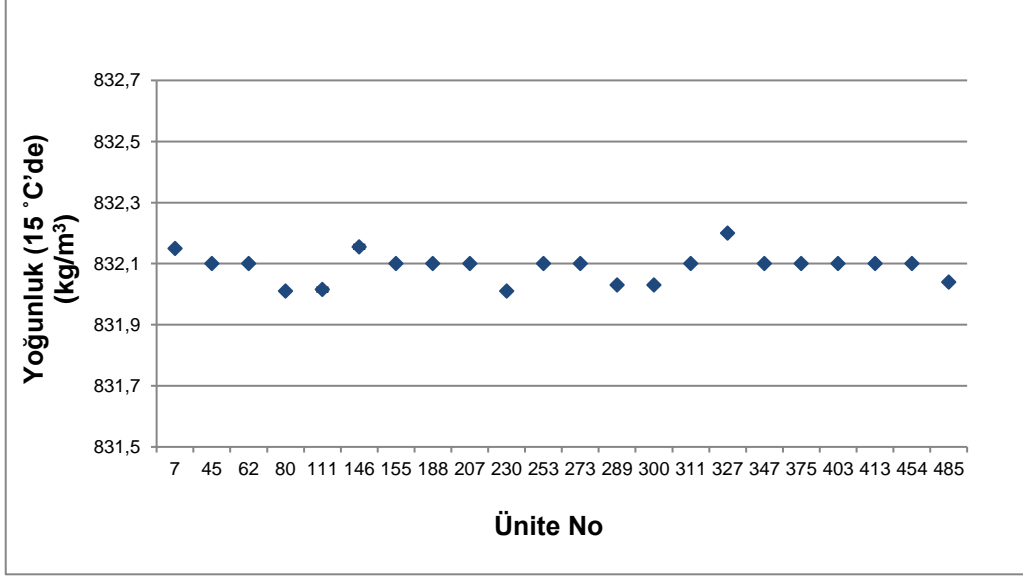
Şekil 14. UME CRM 1502 Setan İndisi, Homojenlik



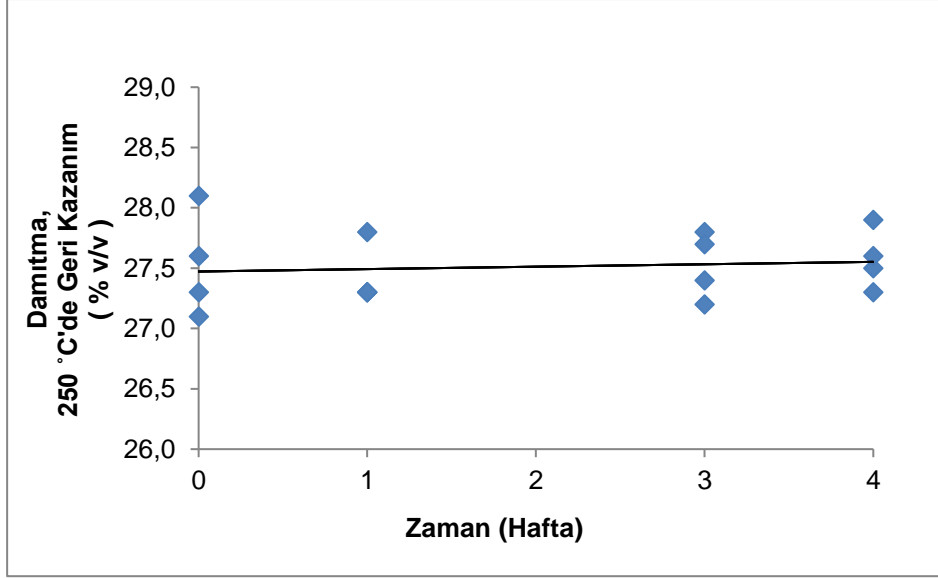
Şekil 15. UME CRM 1502 Parlama Noktası, Homojenlik



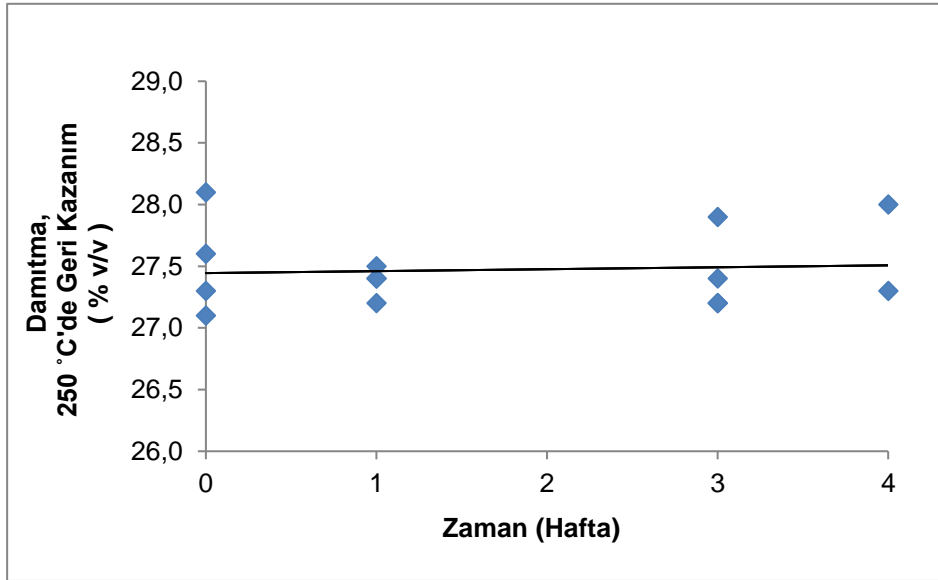
Şekil 16. UME CRM 1502 Kinematik Viskozite (40 °C'de), Homojenlik



Şekil 17. UME CRM 1502 Yoğunluk (15 °C'de), Homojenlik

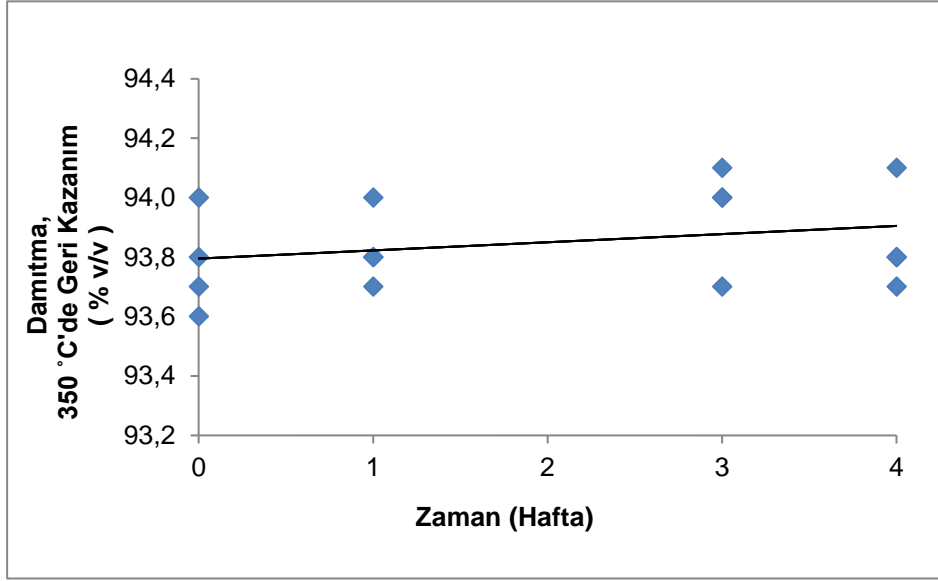
**Ek 2. Kısa Dönem Kararlılık Çalışmaları için Grafikler**

Şekil 18. UME CRM 1502, Damıtma, 250 °C'deki Geri Kazanım, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı

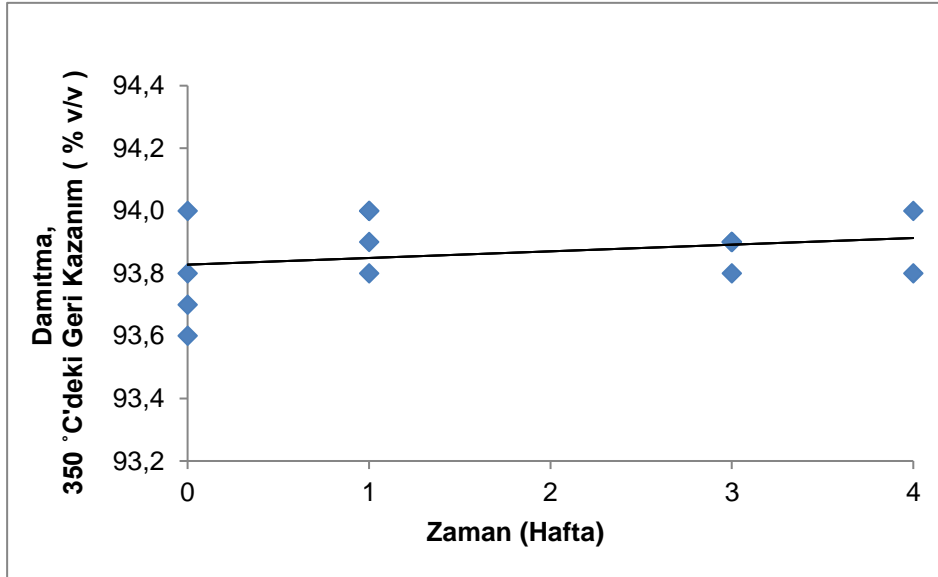


Şekil 19. UME CRM 1502, Damıtma, 250 °C'deki Geri Kazanım, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı

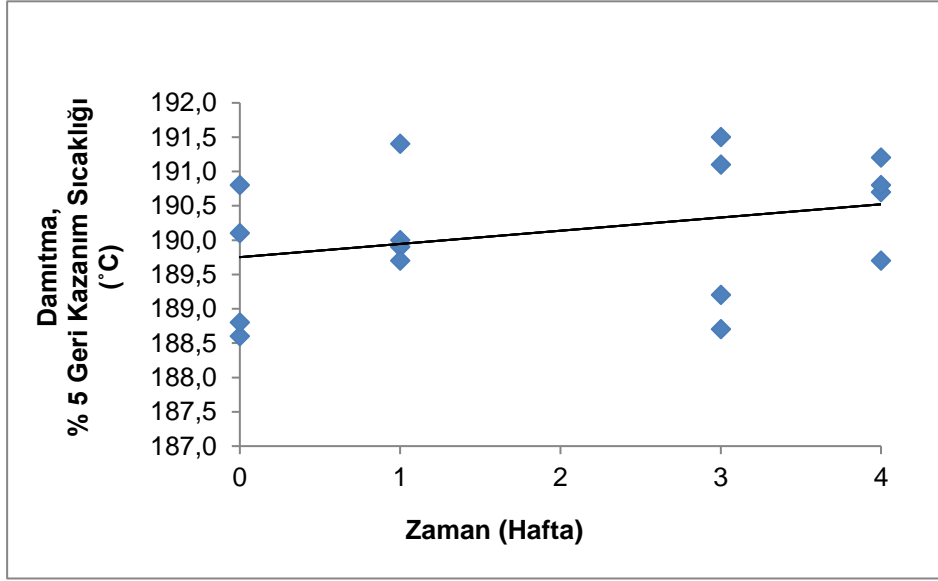




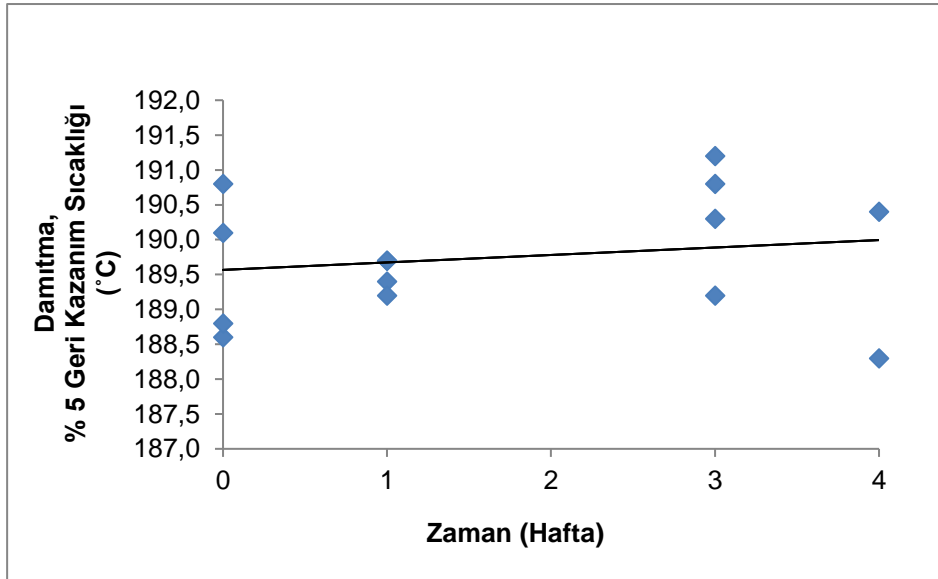
Şekil 20. UME CRM 1502, Damıtma, 350 °C'deki Geri Kazanım, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



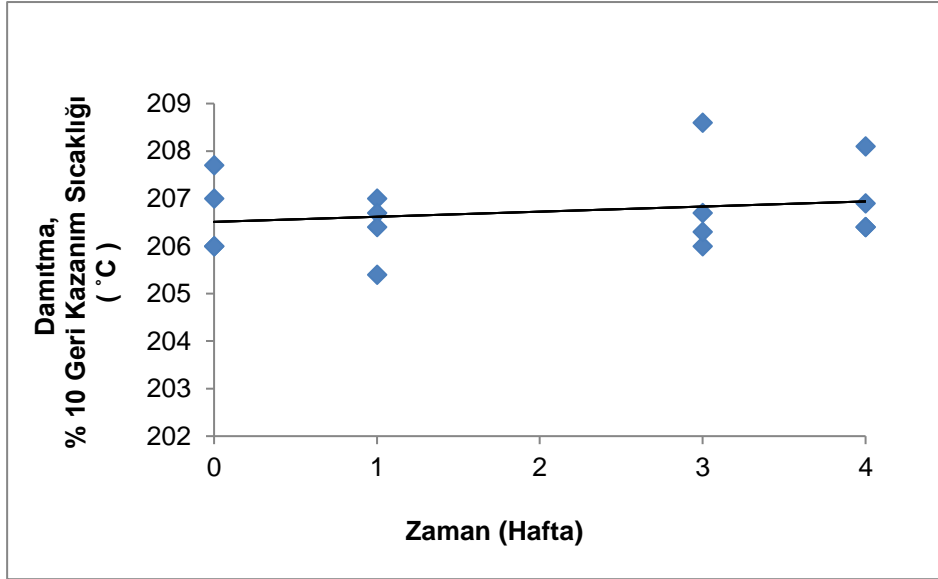
Şekil 21. UME CRM 1502, Damıtma, 350 °C'deki Geri Kazanım, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



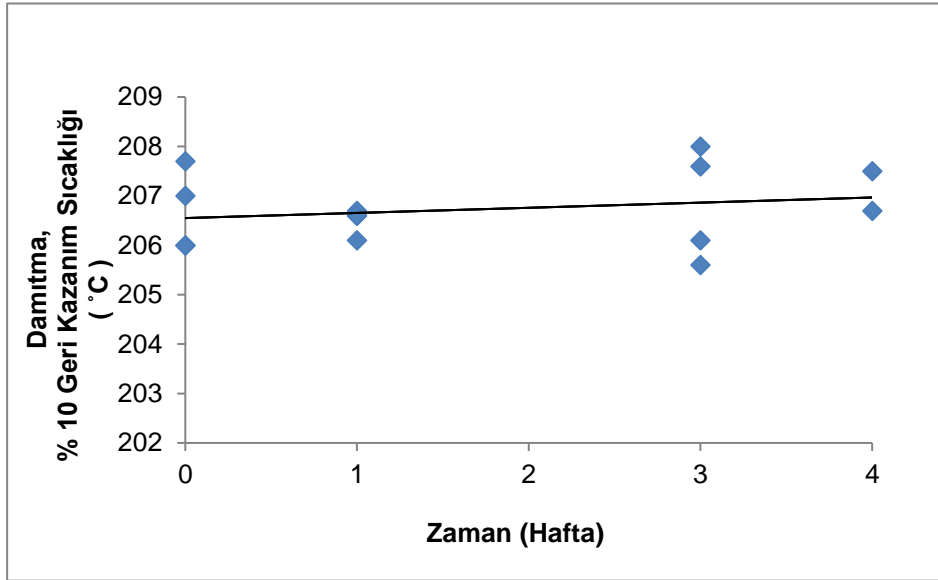
Şekil 22. UME CRM 1502, Damıtma, % 5 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



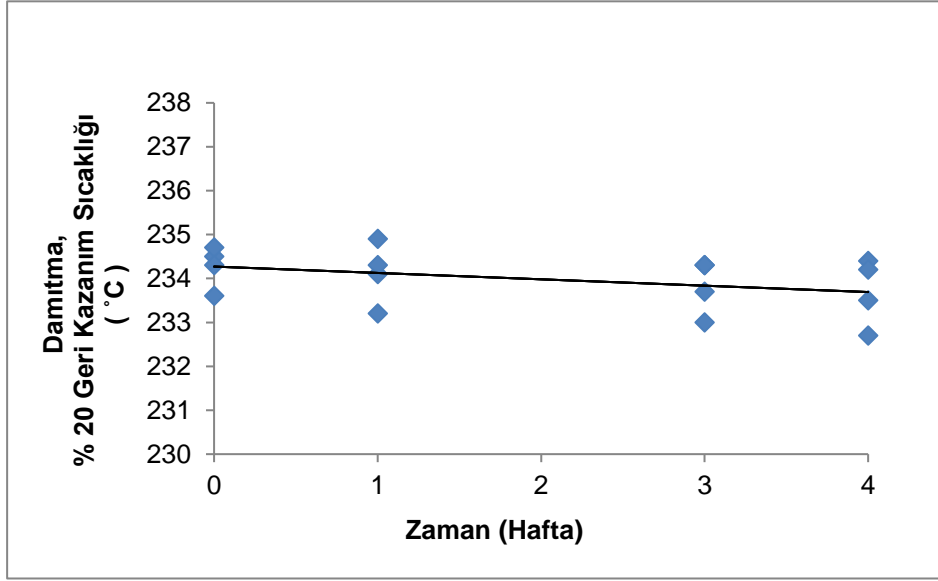
Şekil 23. UME CRM 1502, Damıtma, % 5 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



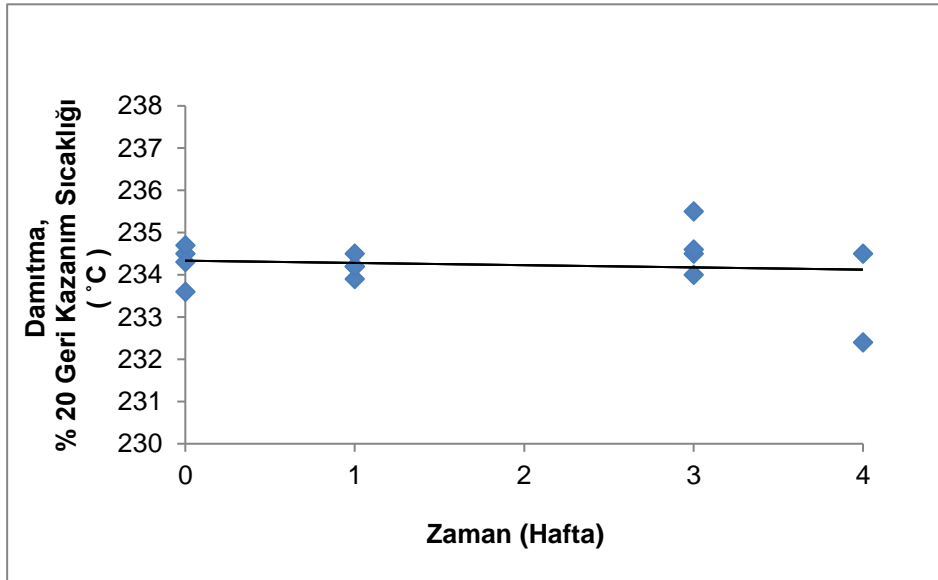
Şekil 24. UME CRM 1502, Damıtma, % 10 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



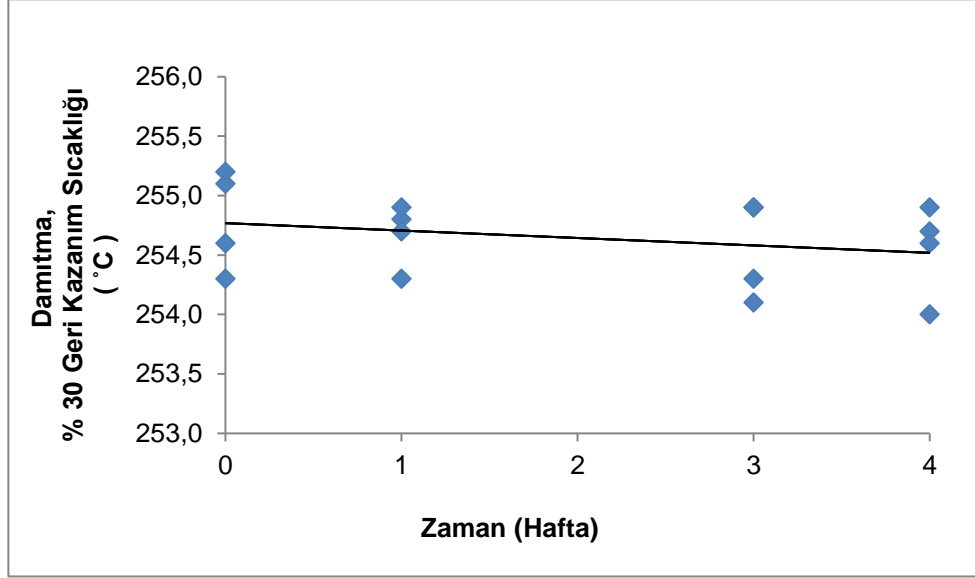
Şekil 25. UME CRM 1502, Damıtma, % 10 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



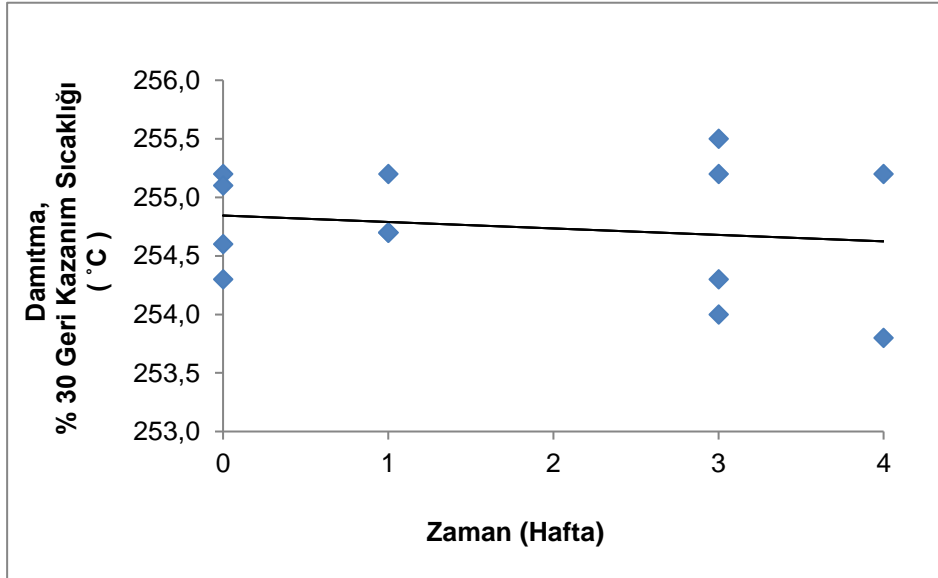
Şekil 26. UME CRM 1502, Damıtma, % 20 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



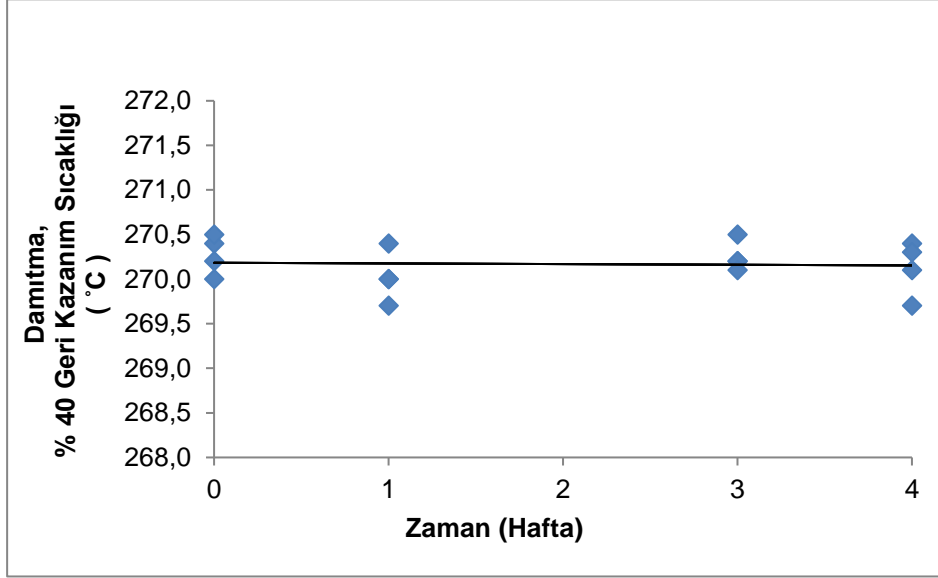
Şekil 27. UME CRM 1502, Damıtma, % 20 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



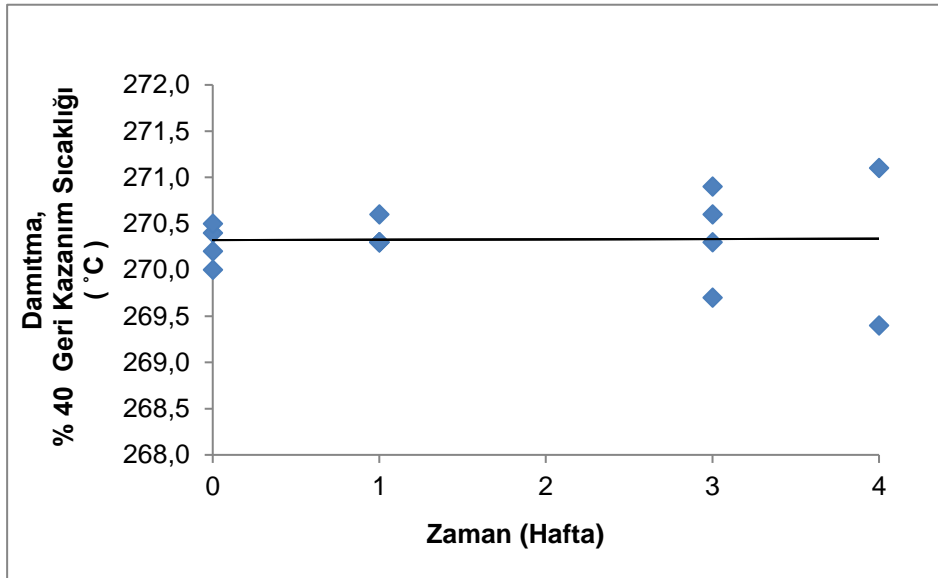
Şekil 28. UME CRM 1502, Damıtma, % 30 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



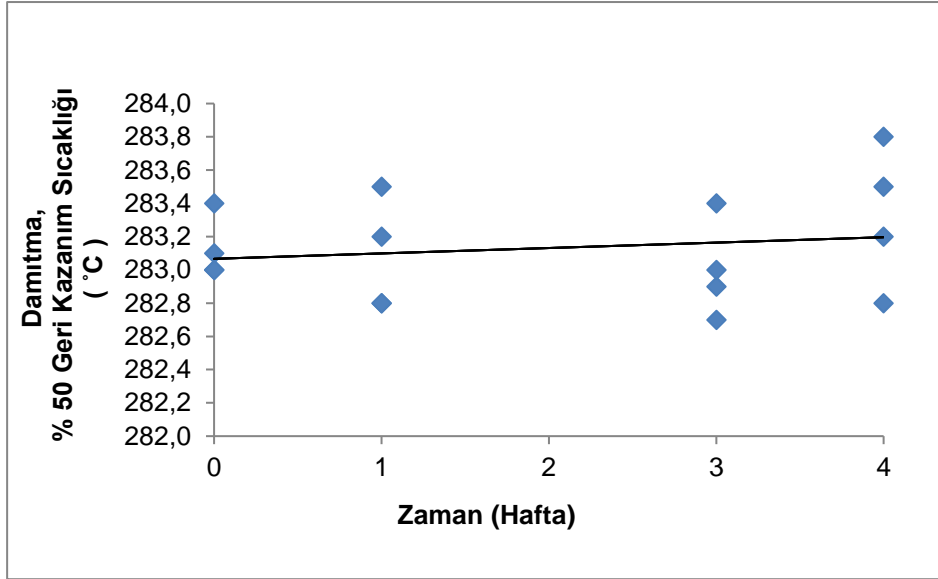
Şekil 29. UME CRM 1502, Damıtma, % 30 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



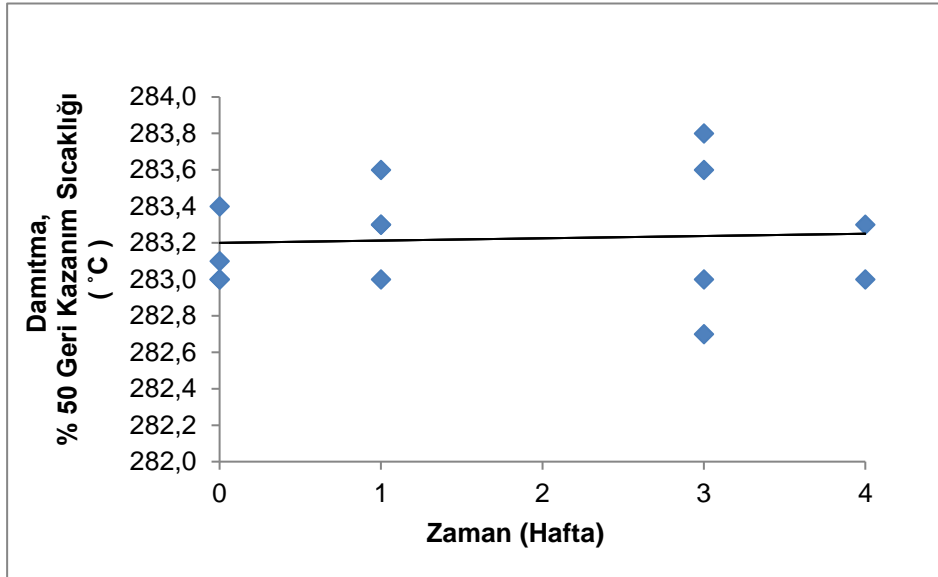
Şekil 30. UME CRM 1502, Damıtma, % 40 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



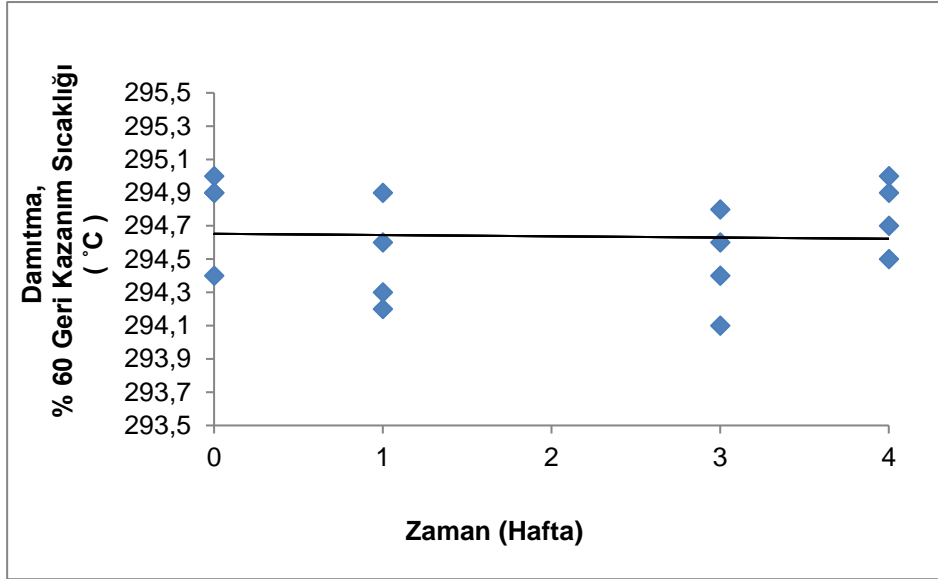
Şekil 31. UME CRM 1502, Damıtma, % 40 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



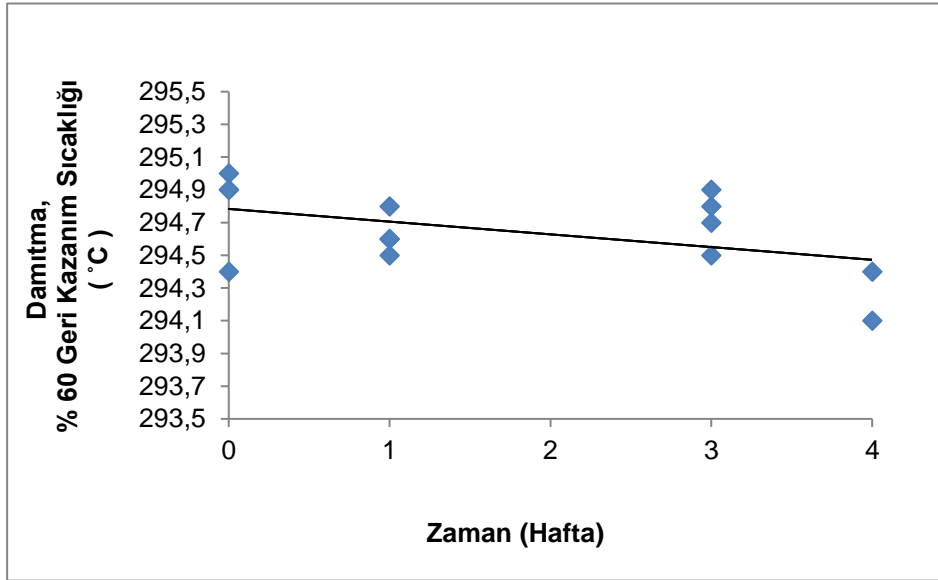
Şekil 32. UME CRM 1502, Damıtma, % 50 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



Şekil 33. UME CRM 1502, Damıtma, % 50 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı

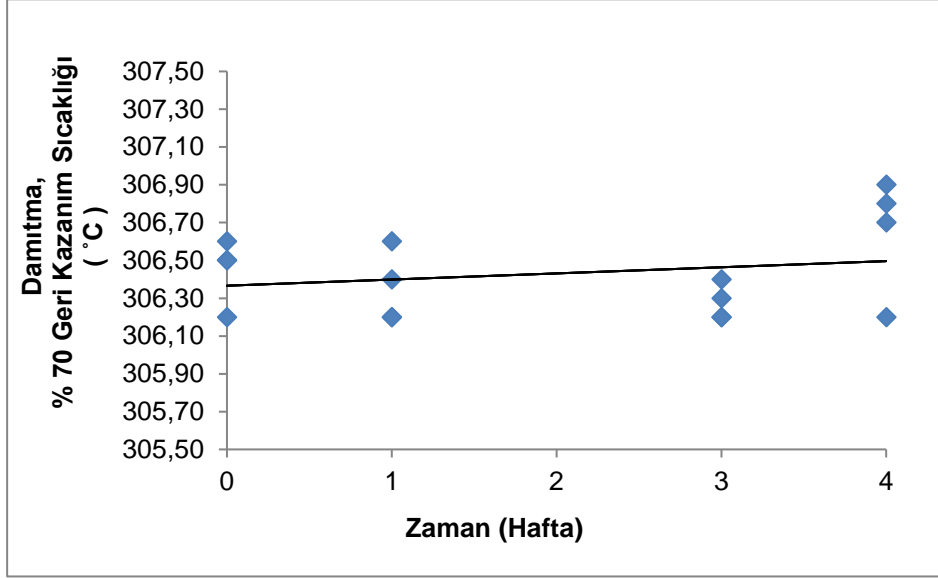


Şekil 34. UME CRM 1502, Damıtma, % 60 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı

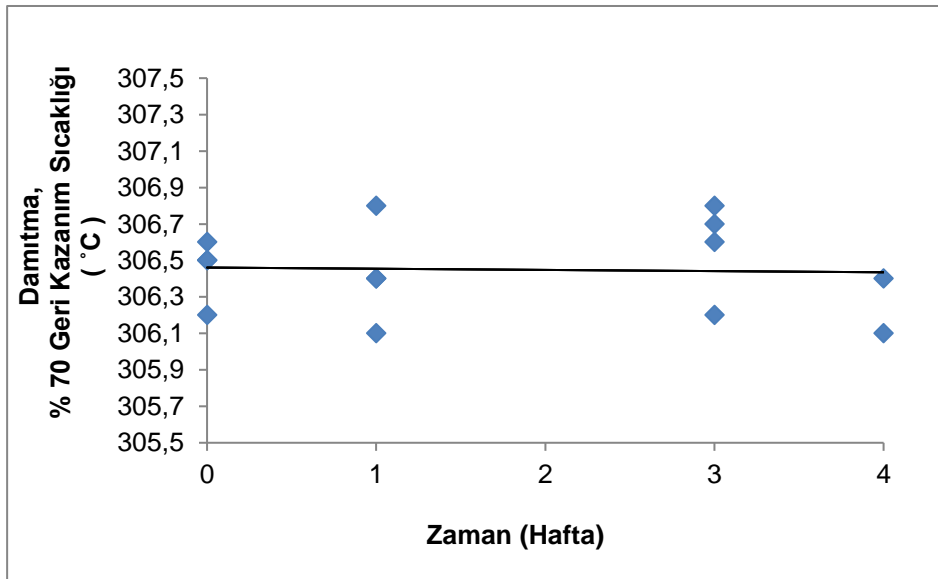


Şekil 35. UME CRM 1502, Damıtma, % 60 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı

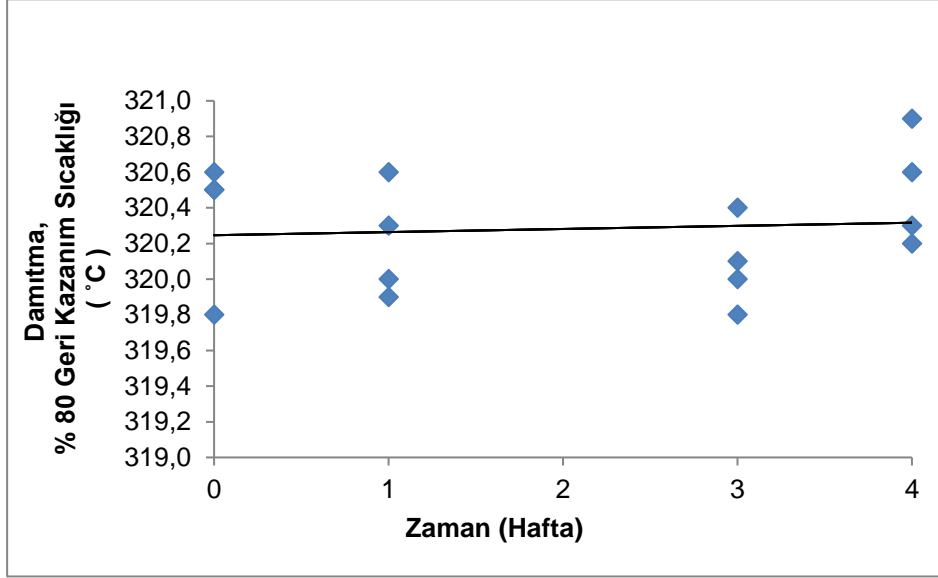




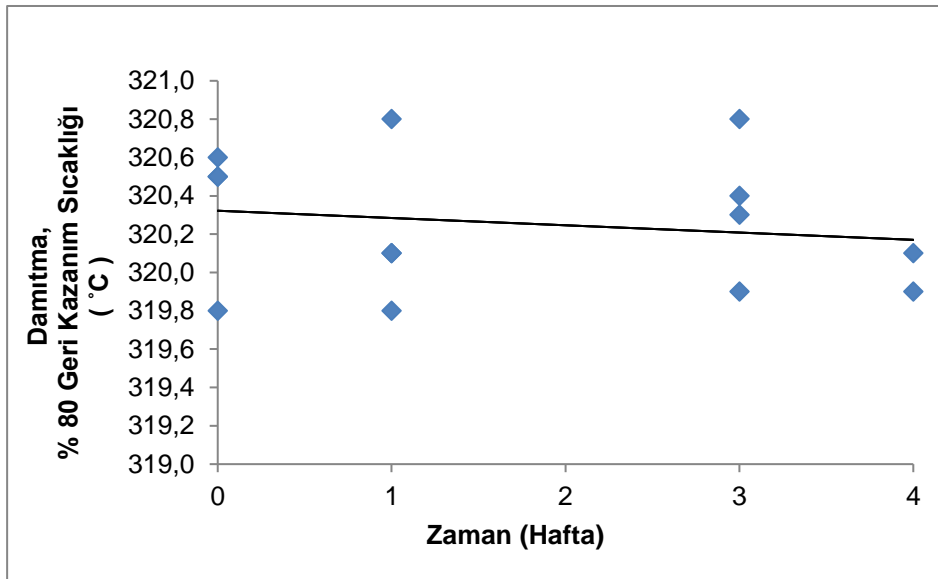
Şekil 36. UME CRM 1502, Damıtma, % 70 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



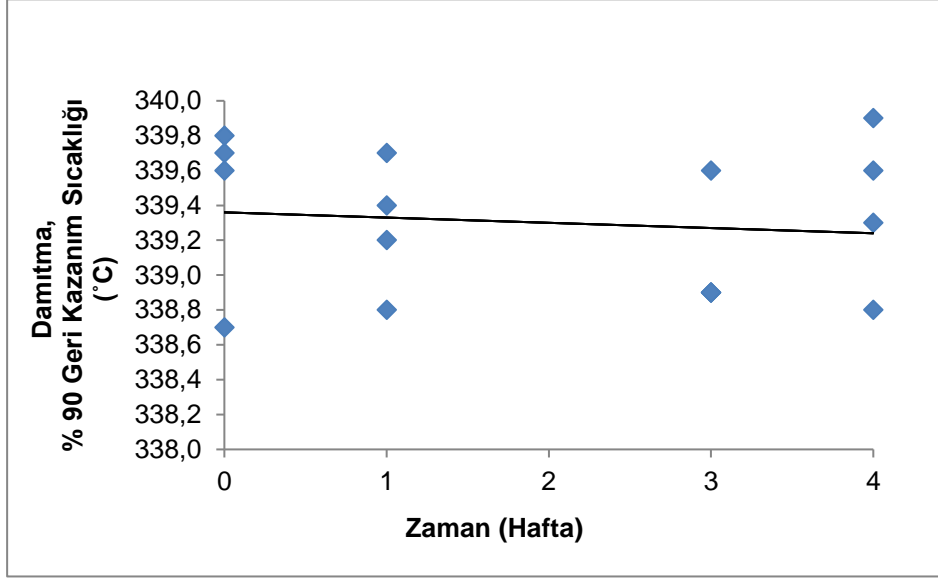
Şekil 37. UME CRM 1502, Damıtma, % 70 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



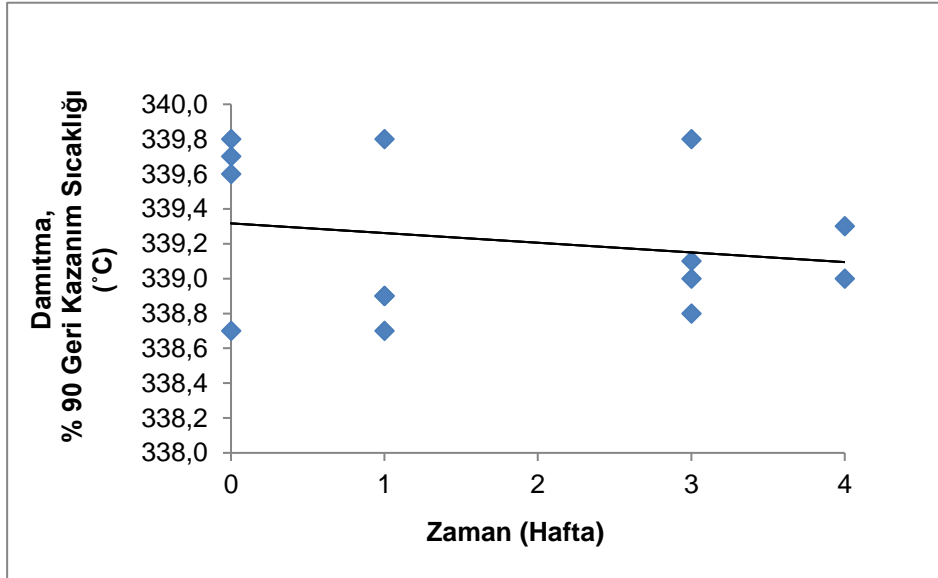
Şekil 38. UME CRM 1502, Damıtma, % 80 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



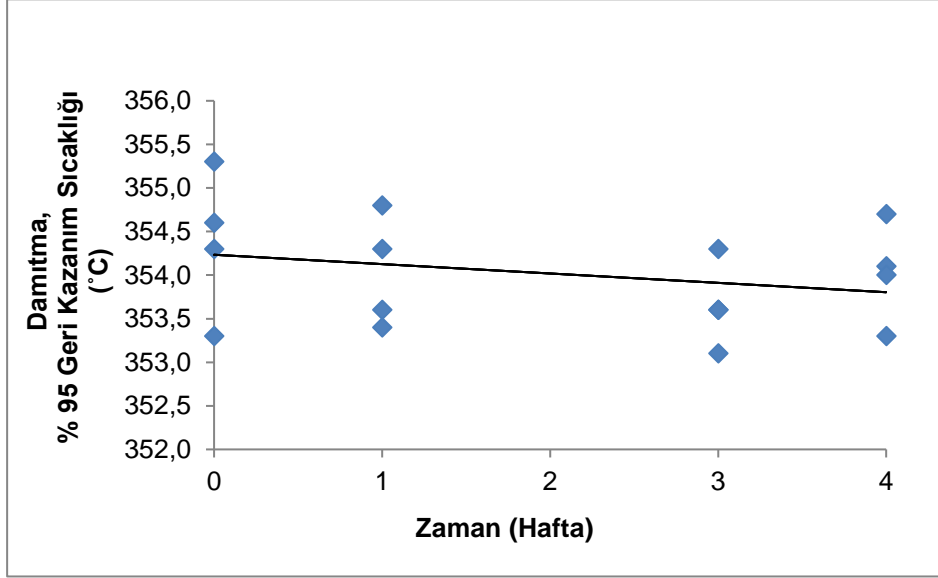
Şekil 39. UME CRM 1502, Damıtma, % 80 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



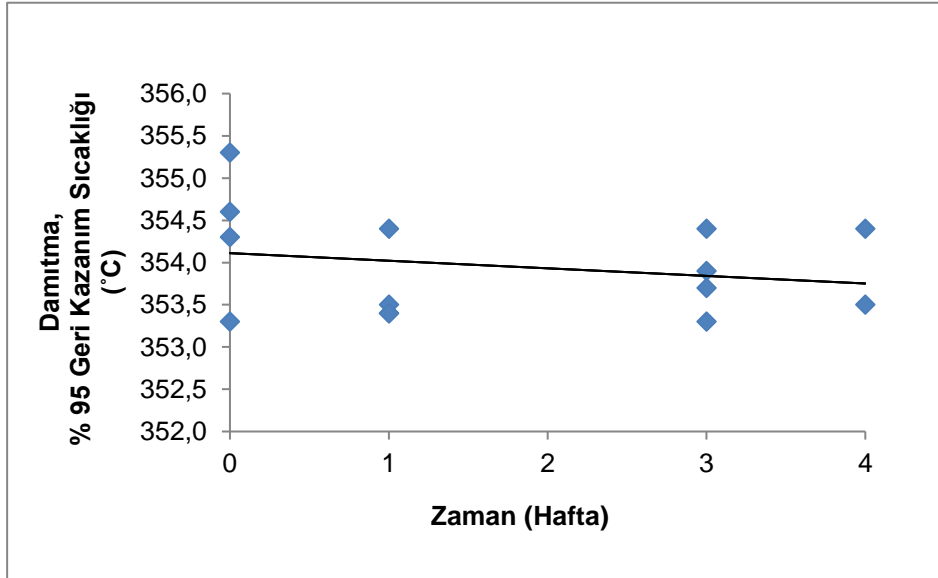
Şekil 40. UME CRM 1502, Damıtma, % 90 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



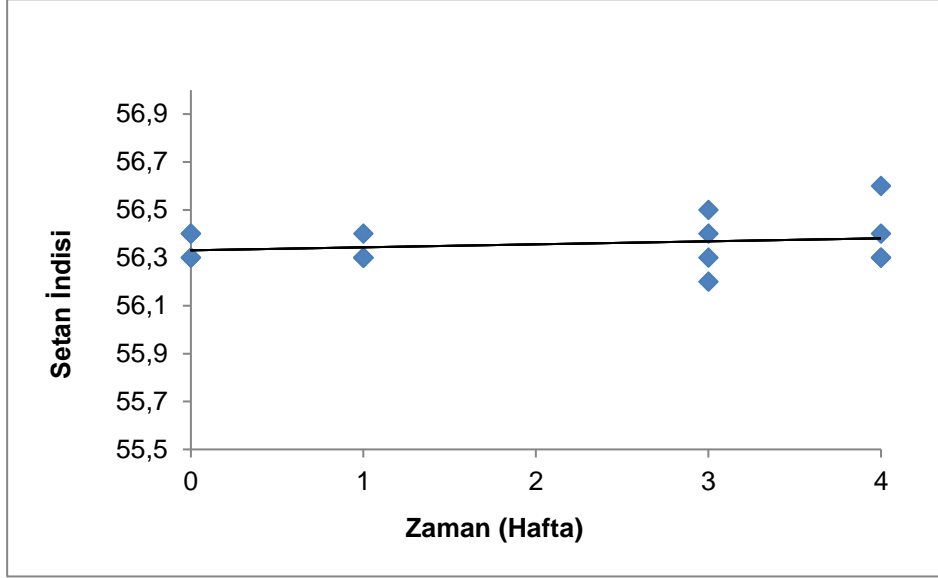
Şekil 41. UME CRM 1502, Damıtma, % 90 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



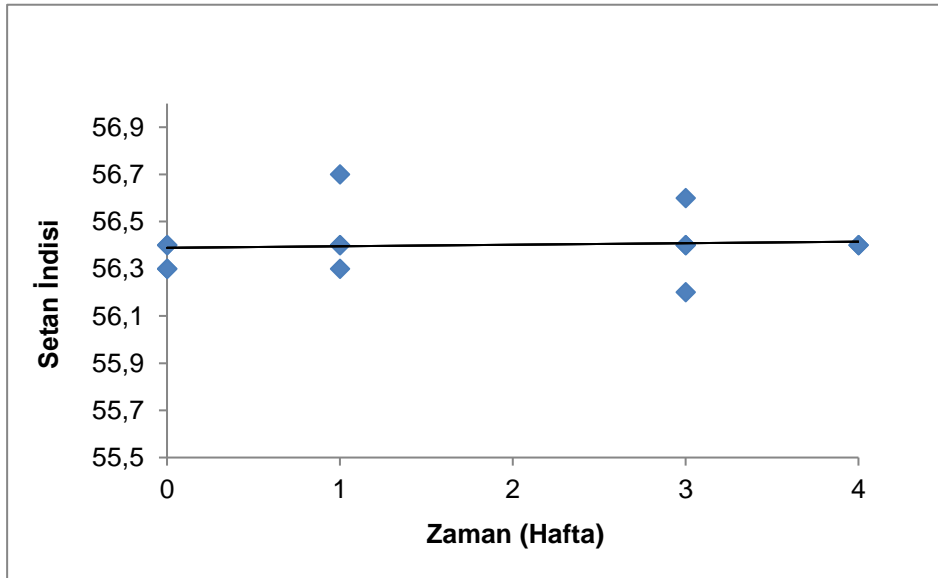
Şekil 42. UME CRM 1502, Damıtma, % 95 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



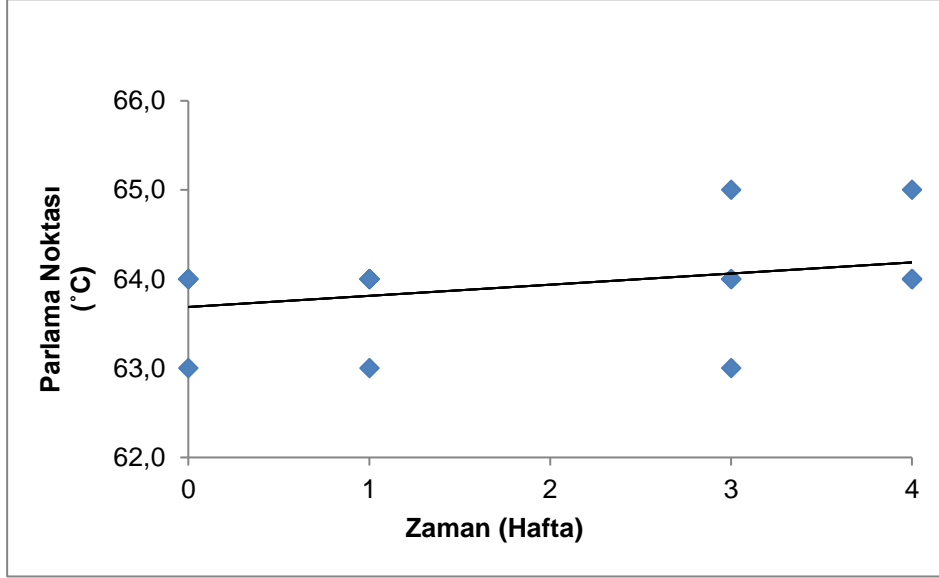
Şekil 43. UME CRM 1502, Damıtma, % 95 Geri Kazanım Sıcaklığı, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



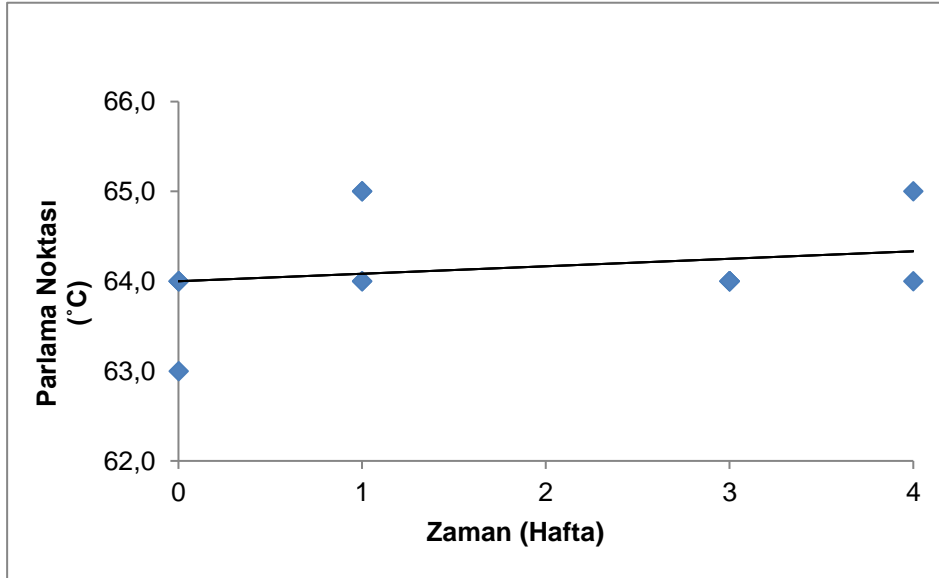
Şekil 44. UME CRM 1502, Setan İndisi, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



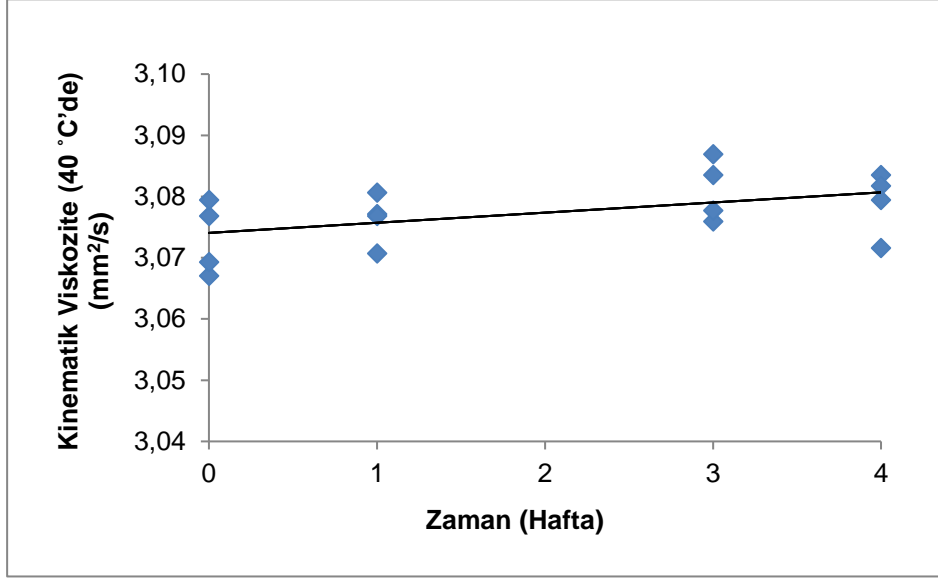
Şekil 45. UME CRM 1502, Setan İndisi, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



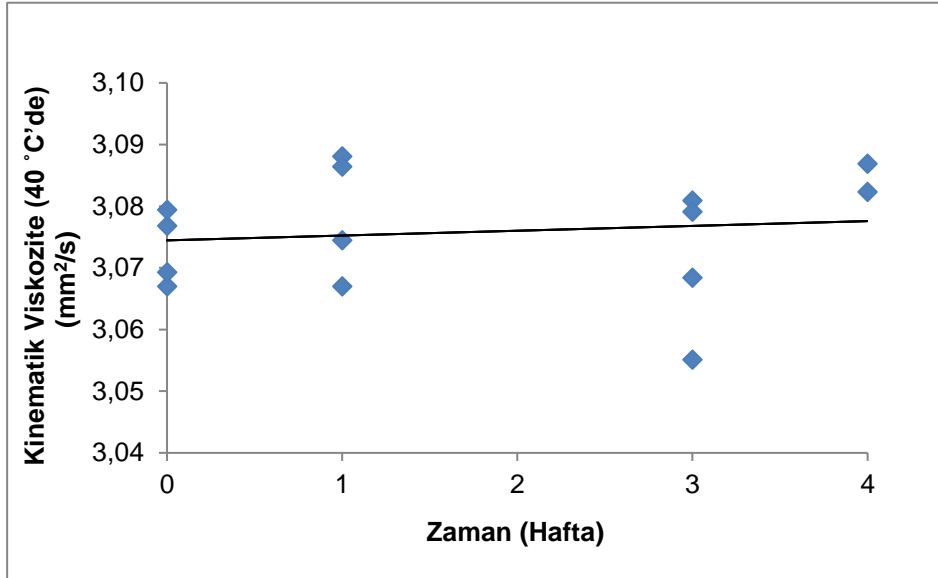
Şekil 46. UME CRM 1502, Parlama Noktası, +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



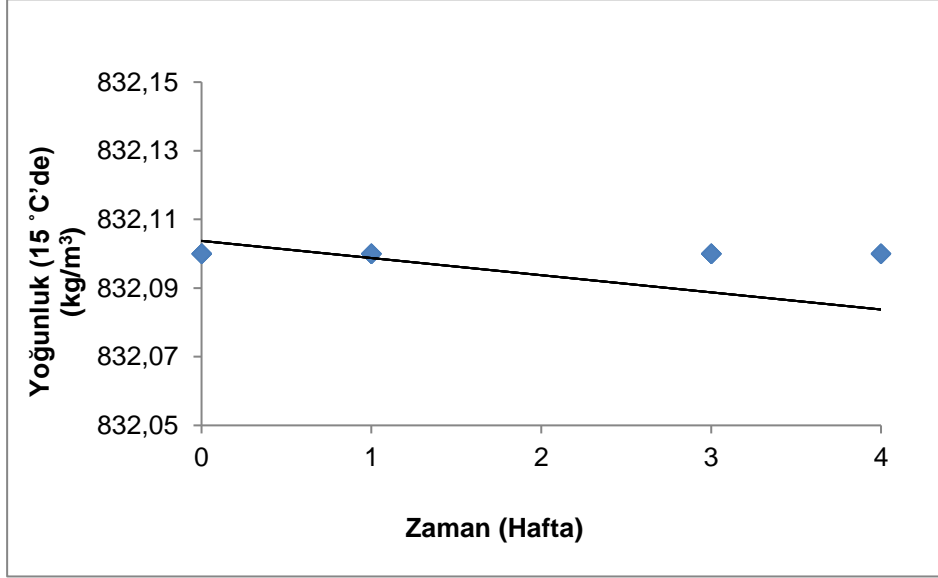
Şekil 47. UME CRM 1502, Parlama Noktası, +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



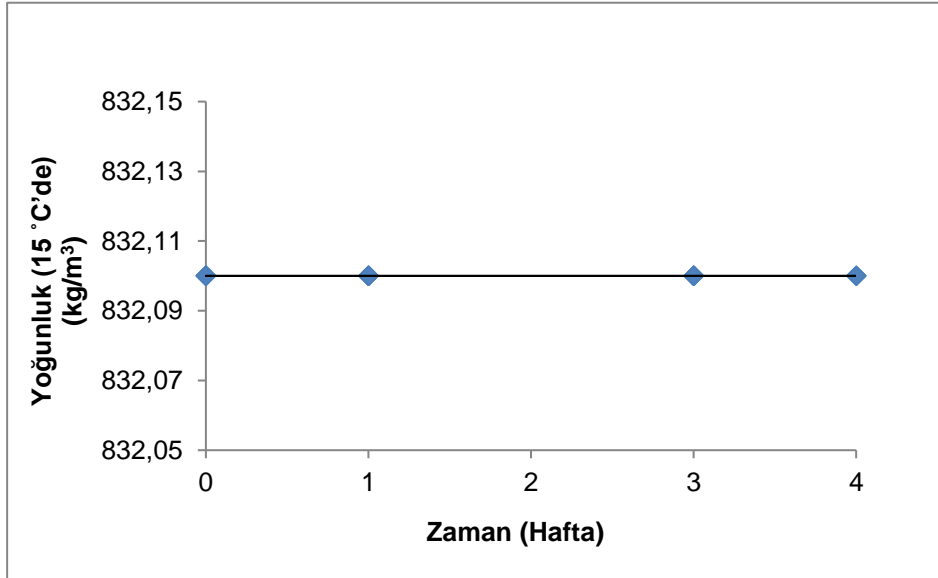
Şekil 48. UME CRM 1502, Kinematik Viskozite (40 °C'de), +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı



Şekil 49. UME CRM 1502, Kinematik Viskozite (40 °C'de), +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı

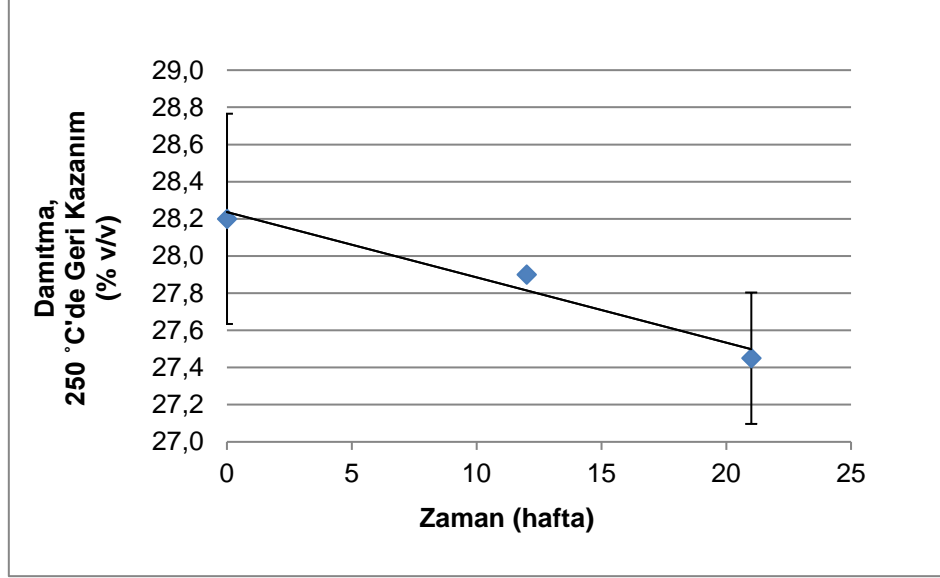


Şekil 50. UME CRM 1502, Yoğunluk (15 °C'de), +20 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı

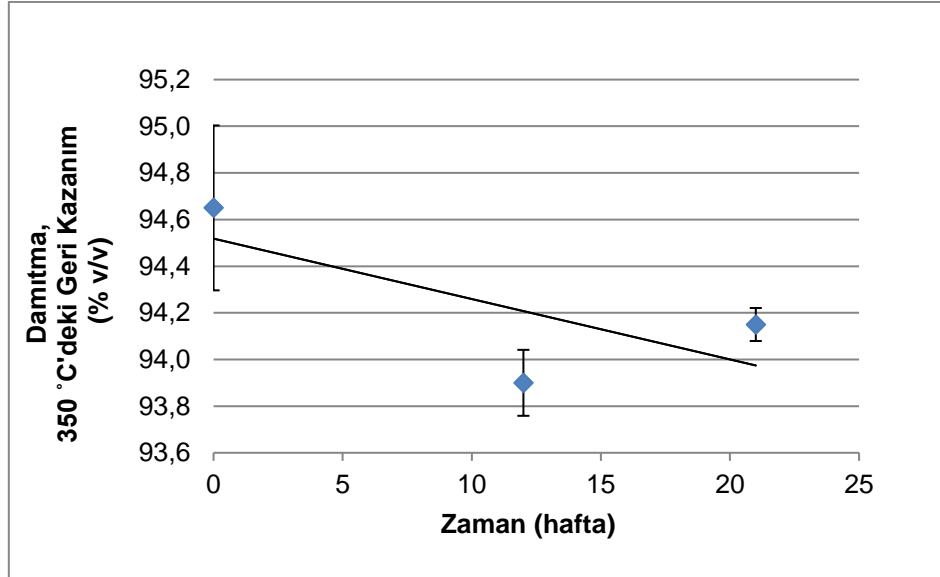


Şekil 51. UME CRM 1502, Yoğunluk (15 °C'de), +50 °C'de Kısa Dönem Kararlılığı

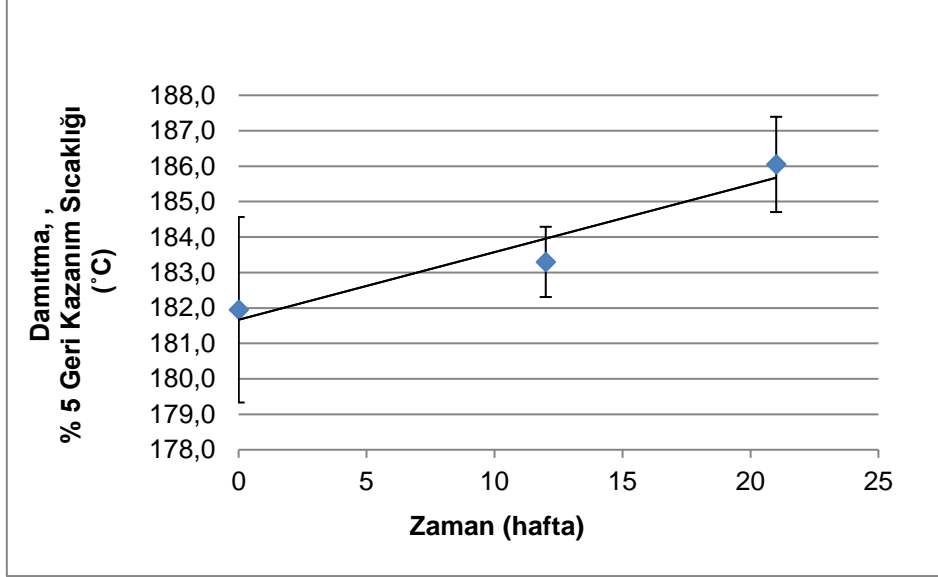


**Ek 3. Uzun Dönem Kararlılık Çalışmaları için Grafikler**

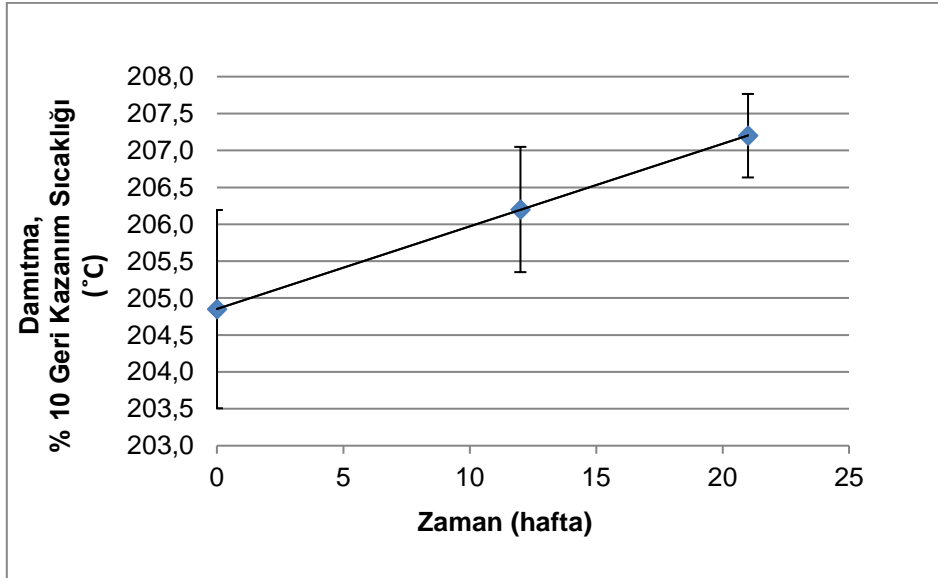
Şekil 52. UME CRM 1502, Damıtma, 250 °C'deki Geri Kazanım, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



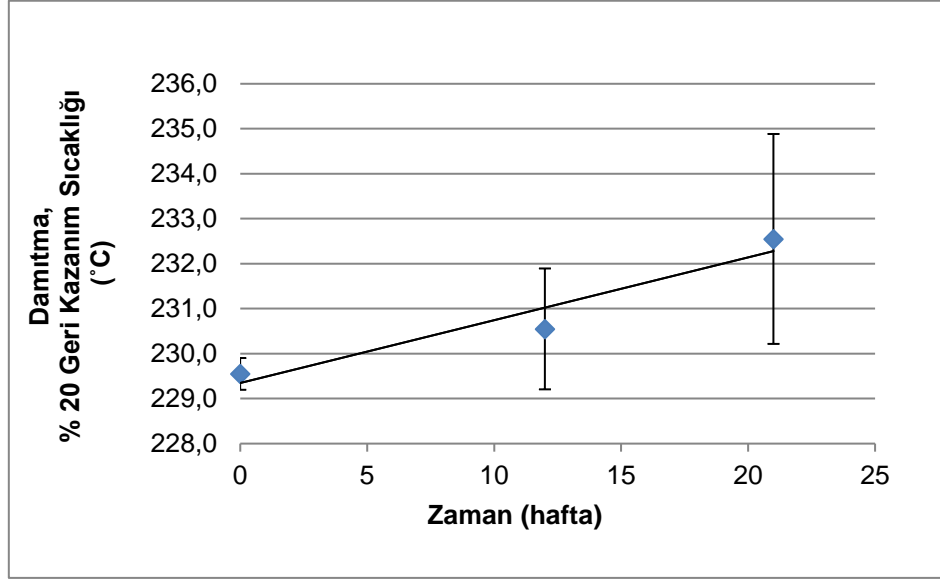
Şekil 53. UME CRM 1502, Damıtma, 350 °C'deki Geri Kazanım, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



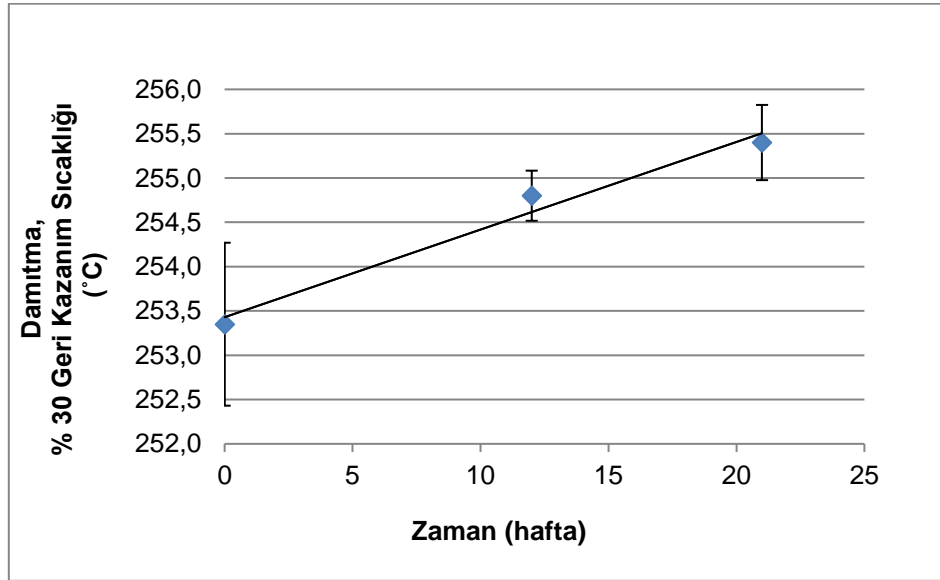
Şekil 54. UME CRM 1502, Damıtma, % 5 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



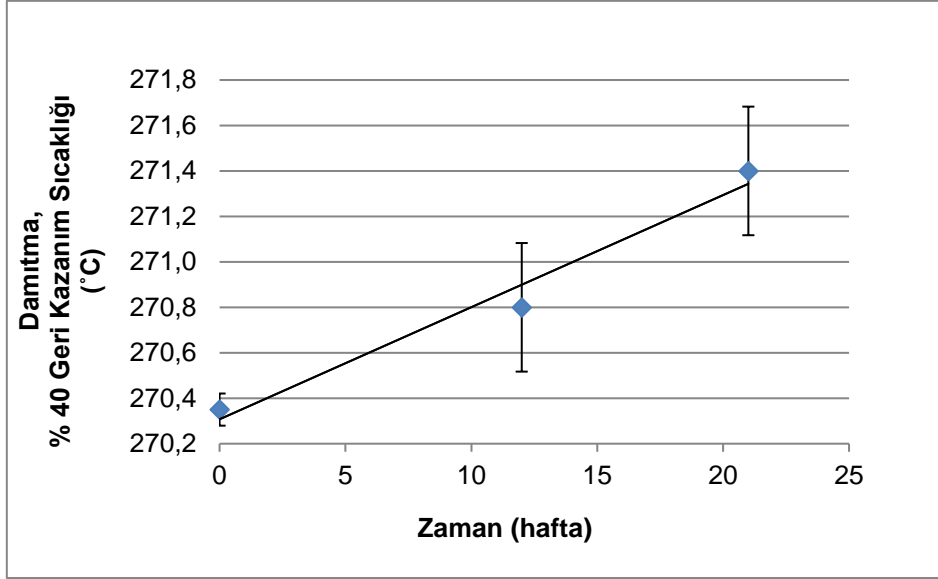
Şekil 55. UME CRM 1502, Damıtma, % 10 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



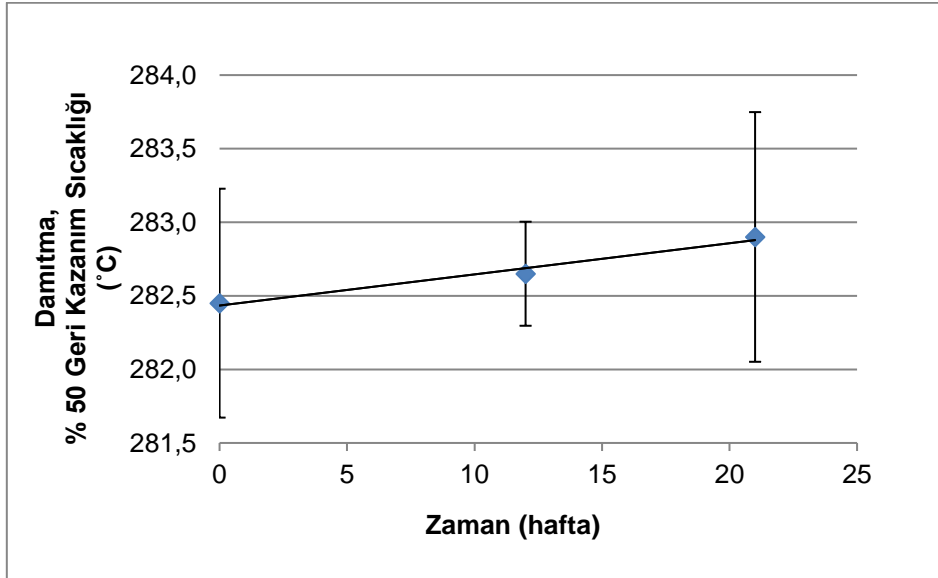
Şekil 56. UME CRM 1502, Damıtma, % 20 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



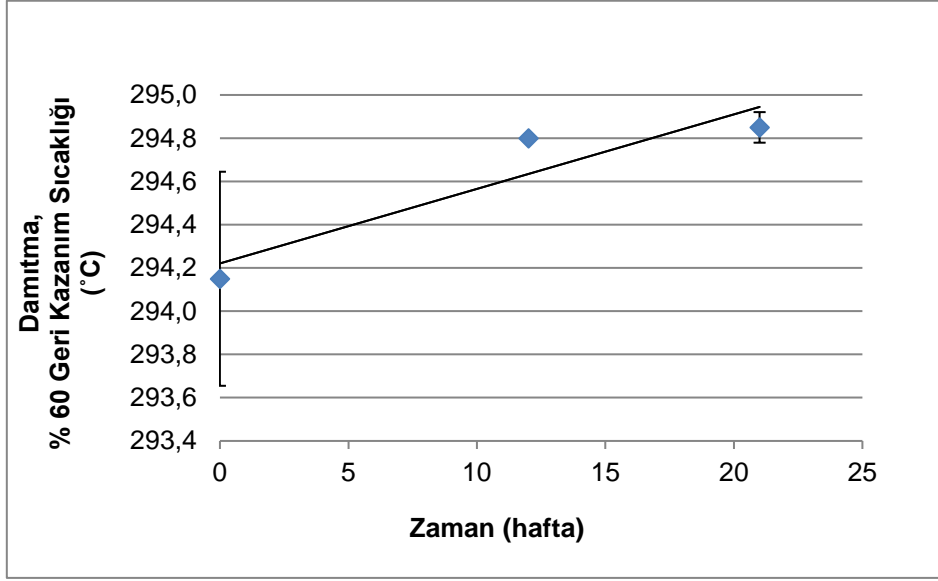
Şekil 57. UME CRM 1502, Damıtma, % 30 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



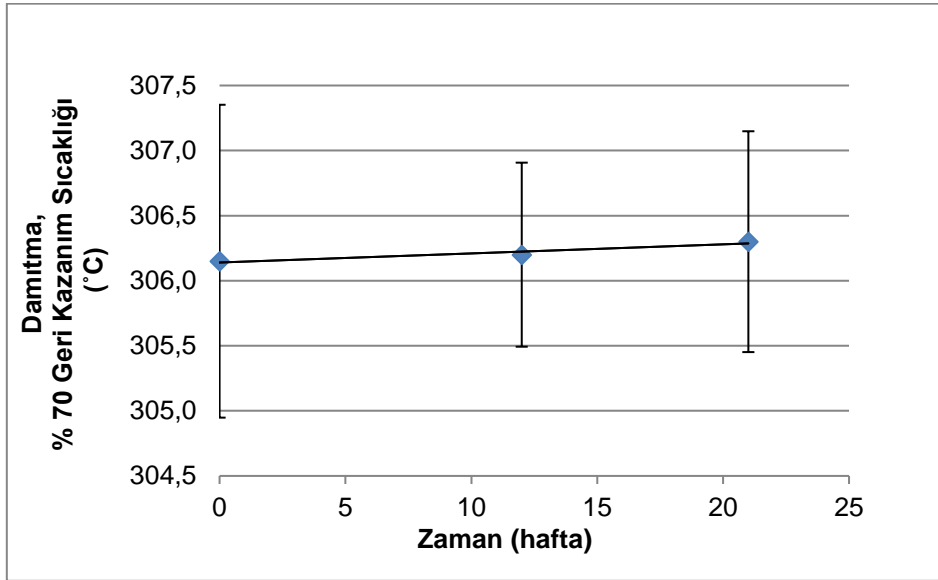
Şekil 58. UME CRM 1502, Damıtma, % 40 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



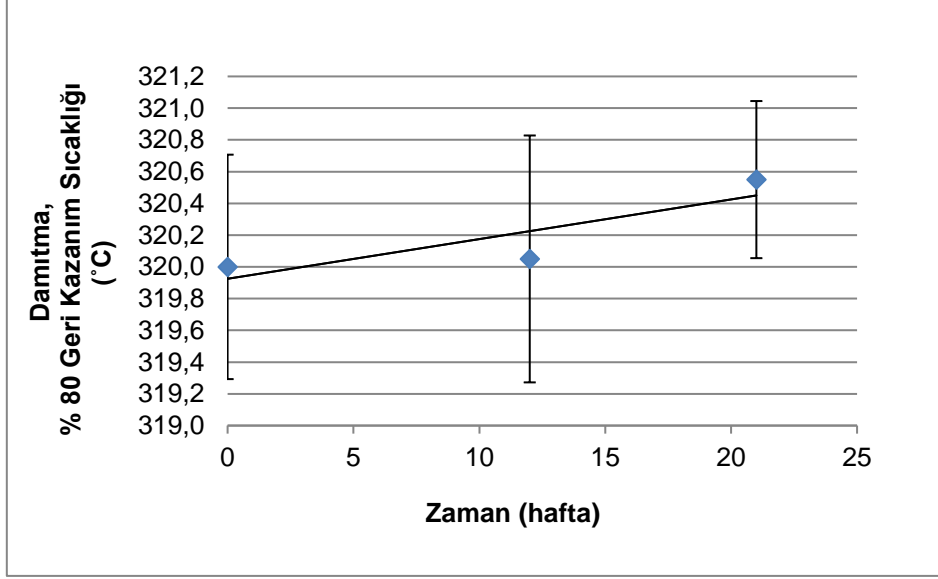
Şekil 59. UME CRM 1502, Damıtma, % 50 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



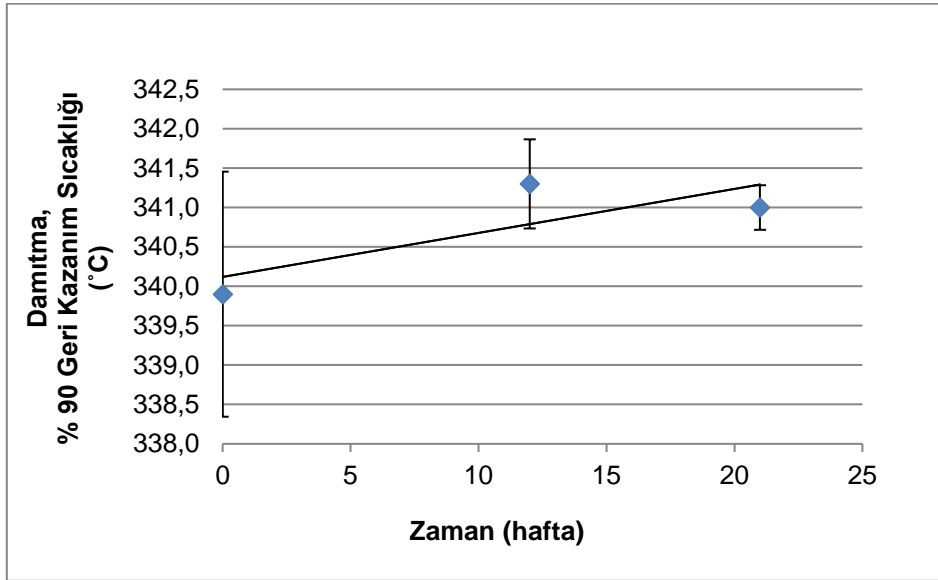
Şekil 60. UME CRM 1502, Damıtma, % 60 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



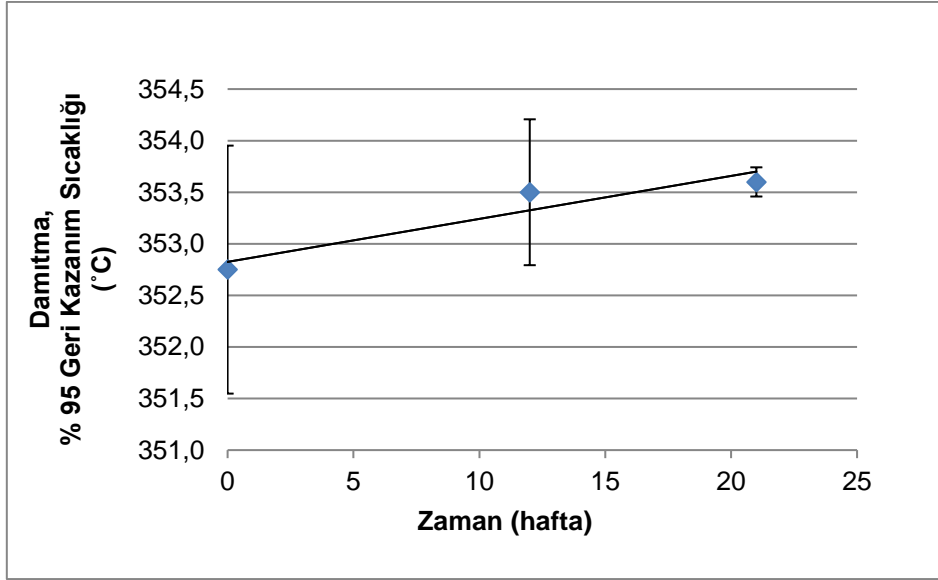
Şekil 61. UME CRM 1502, Damıtma, % 70 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



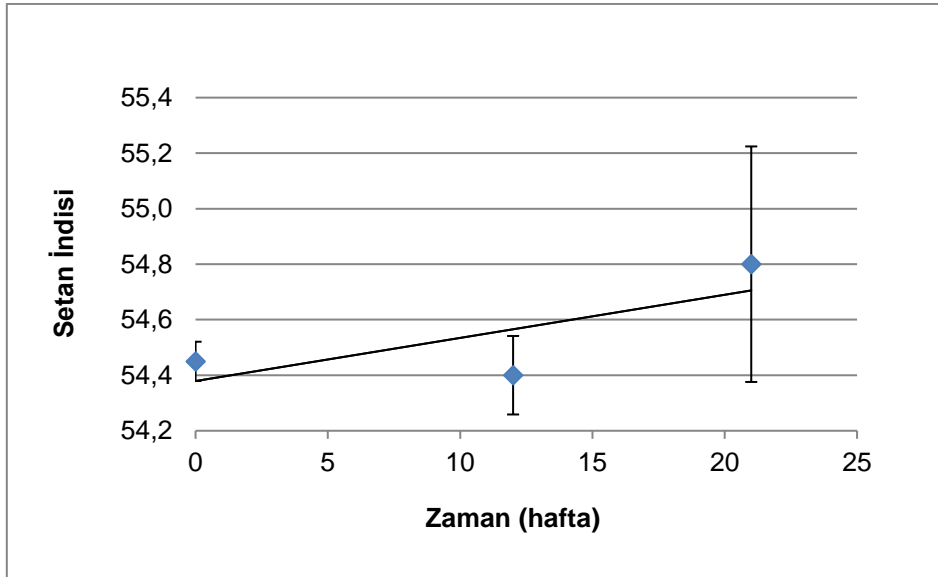
Şekil 62. UME CRM 1502, Damıtma, % 80 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



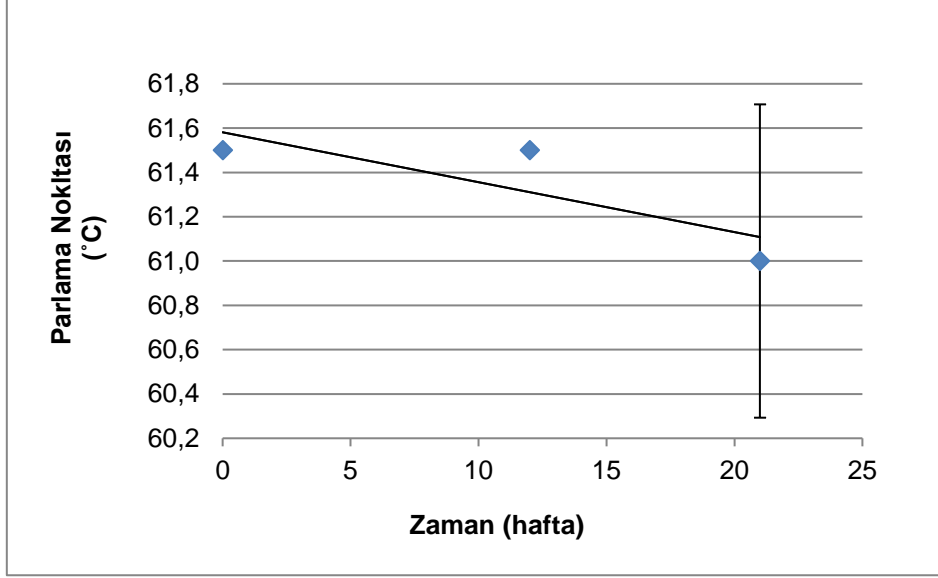
Şekil 63. UME CRM 1502, Damıtma, % 90 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



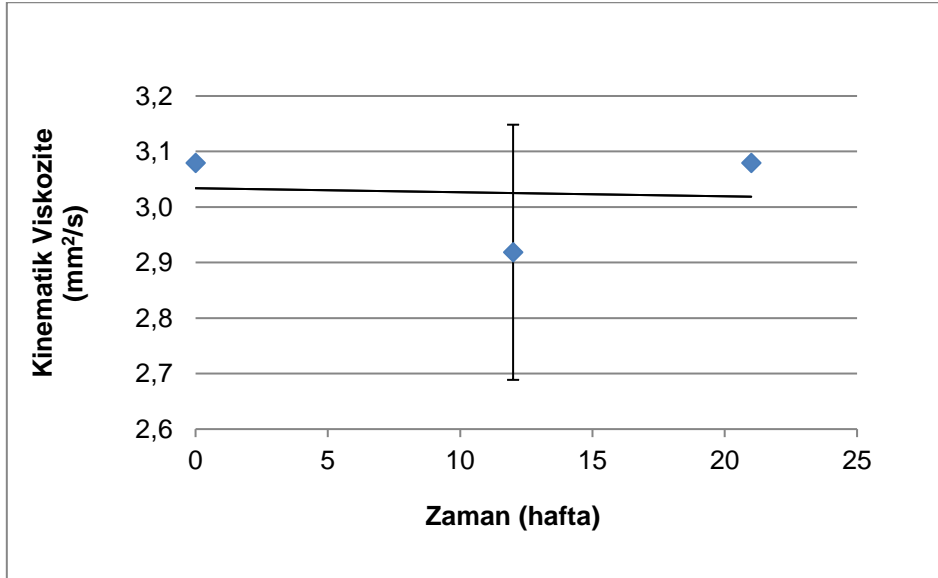
Şekil 64. UME CRM 1502, Damıtma, % 95 Geri Kazanım Sıcaklığı, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı



Şekil 65. UME CRM 1502, Setan İndisi, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı

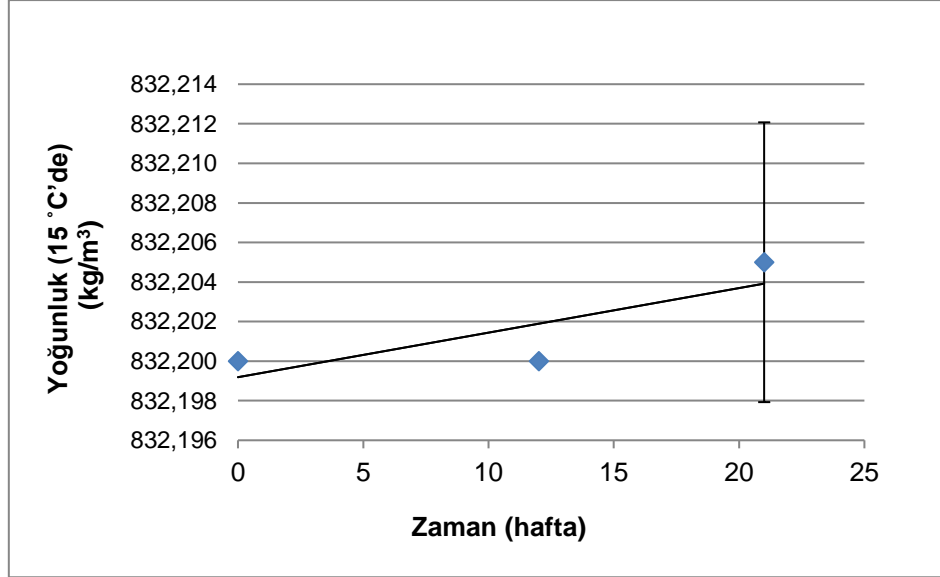


Şekil 66. UME CRM 1502, Parlama Noktası, +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı

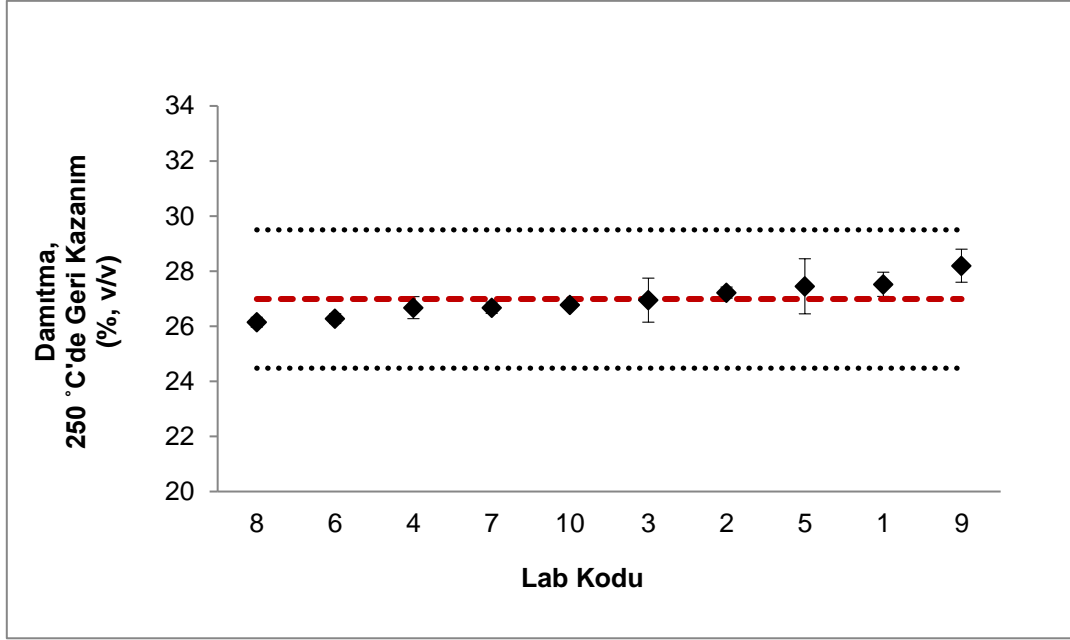


Şekil 67. UME CRM 1502, Kinematik Viskozite (40 °C'de), +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı

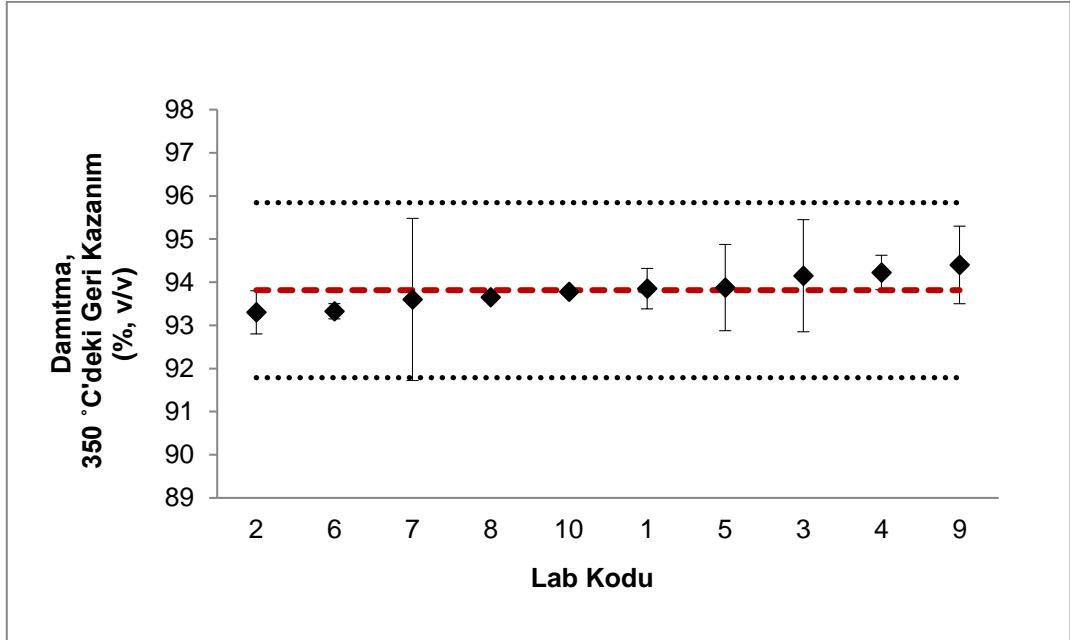




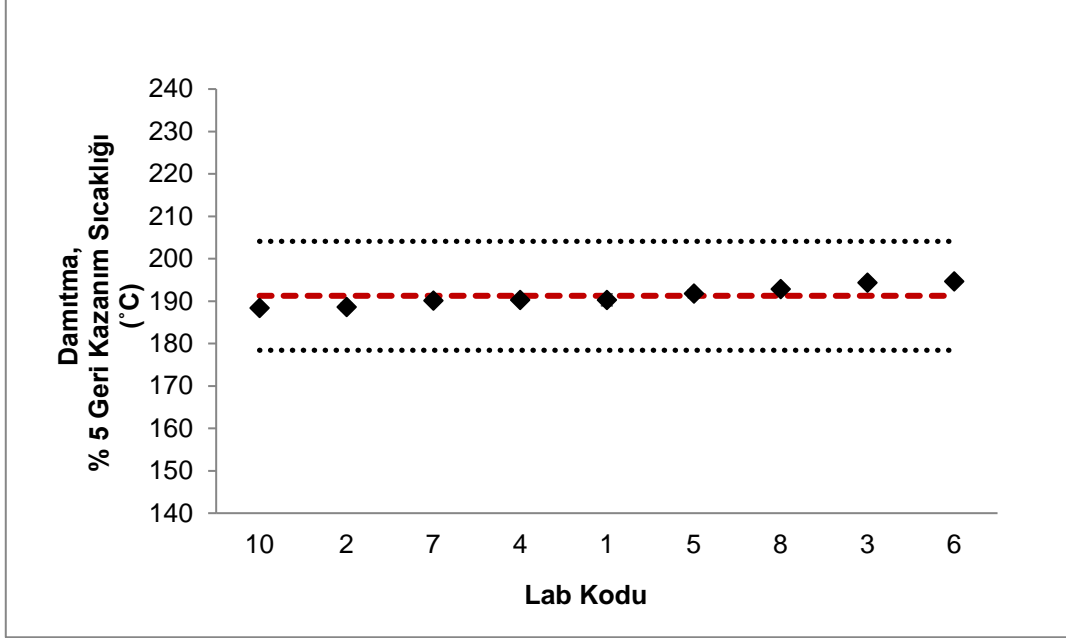
Şekil 68. UME CRM 1502, Yoğunluk (15 °C'de), +20 °C'de Uzun Dönem Kararlılığı

**Ek 4. Karakterizasyon Çalışmaları için Grafikler**

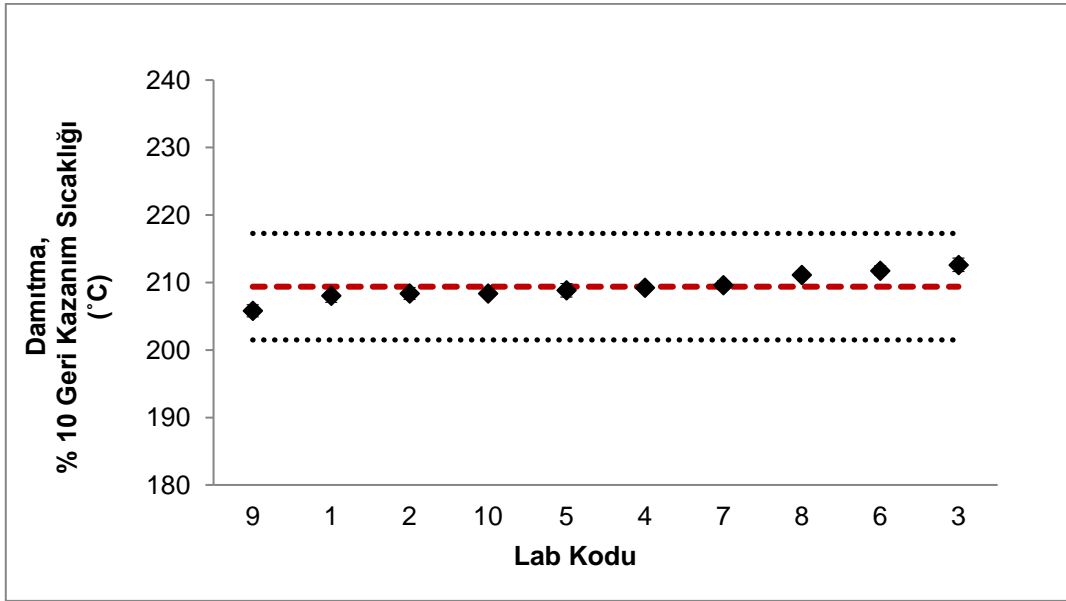
Şekil 69. UME CRM 1502 Damıtma, 250 °C'deki Geri Kazanım, Karakterizasyon



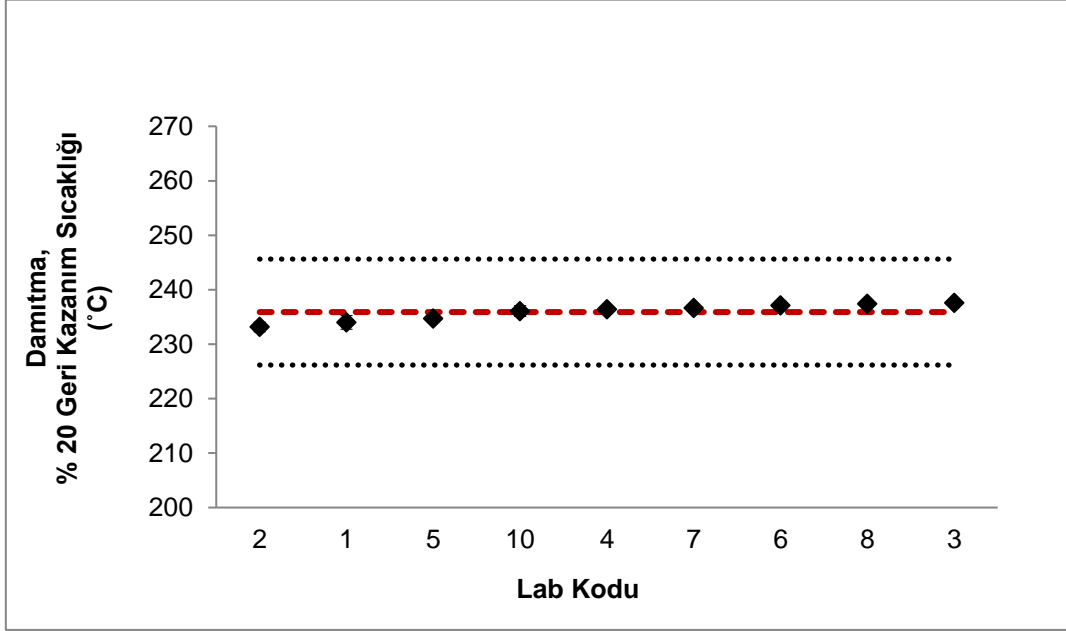
Şekil 70. UME CRM 1502 Damıtma, 350 °C'deki Geri Kazanım, Karakterizasyon



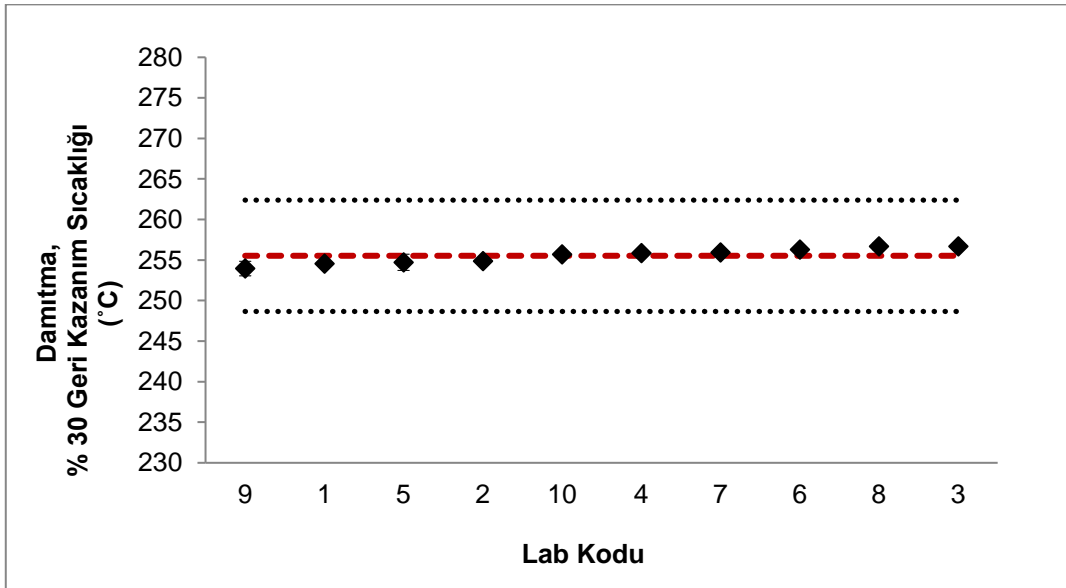
Şekil 71. UME CRM 1502 Damıtma % 5 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon



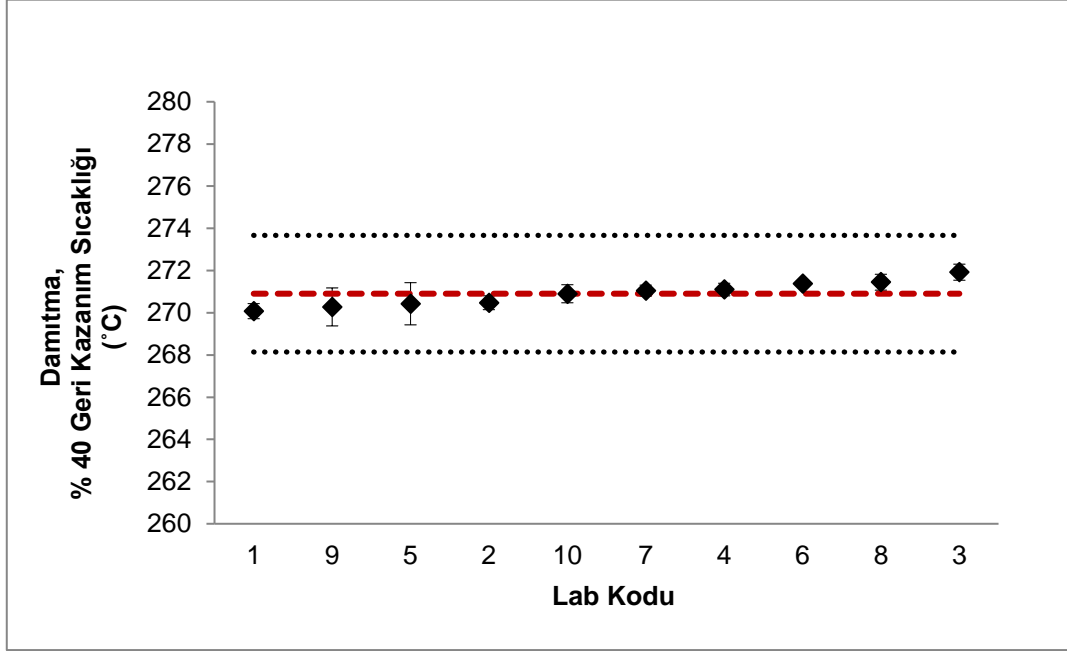
Şekil 72. UME CRM 1502 Damıtma % 10 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon



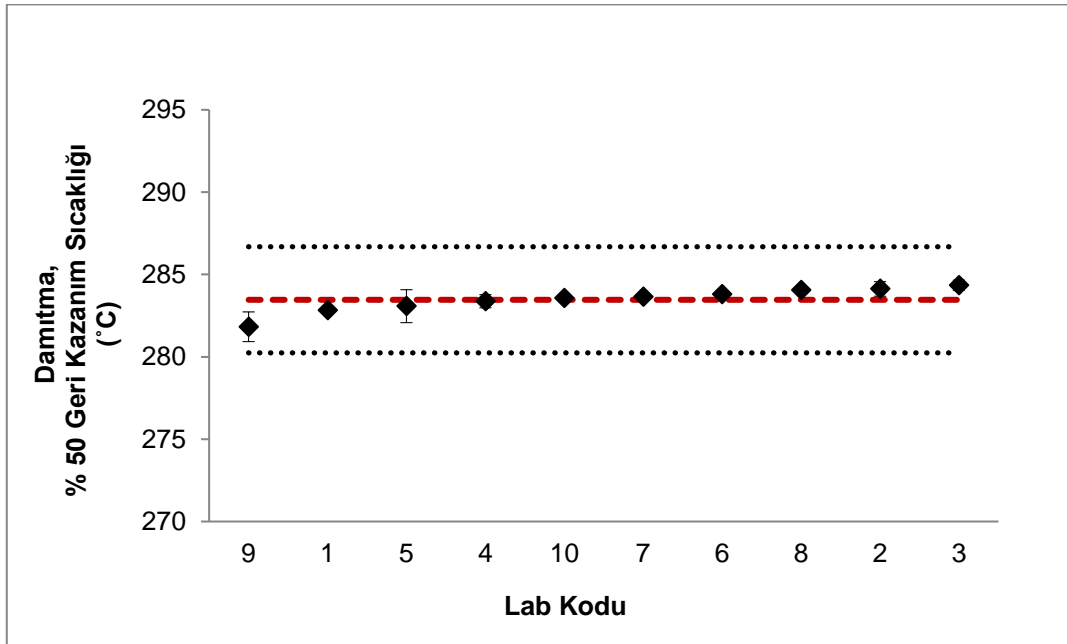
Şekil 73. UME CRM 1502 Damıtma % 20 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon



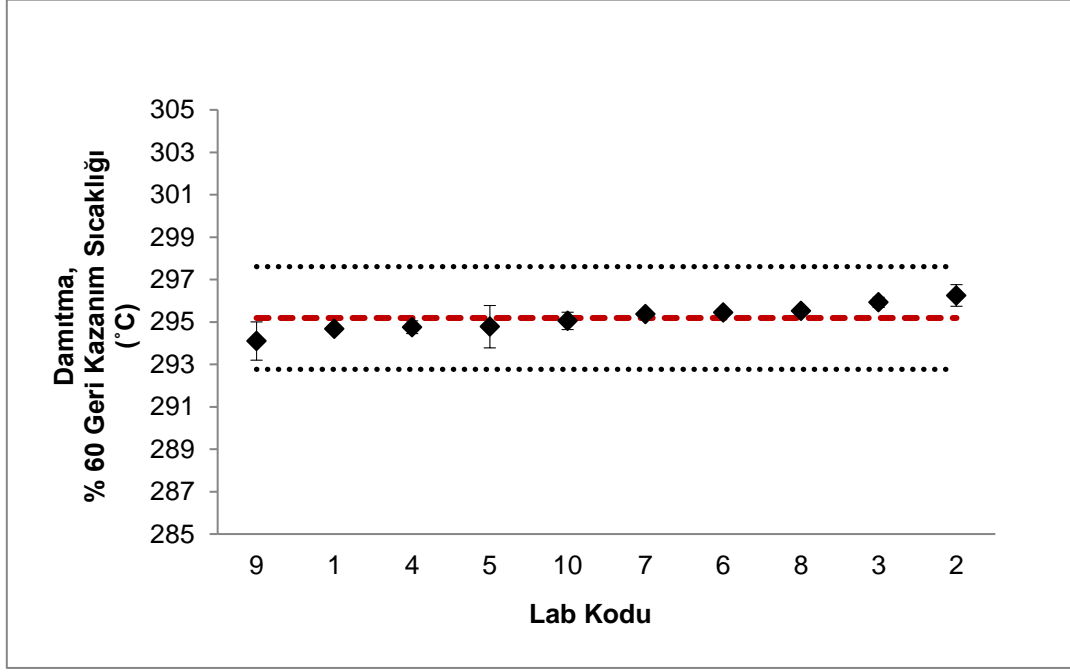
Şekil 74. UME CRM 1502 Damıtma % 30 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon



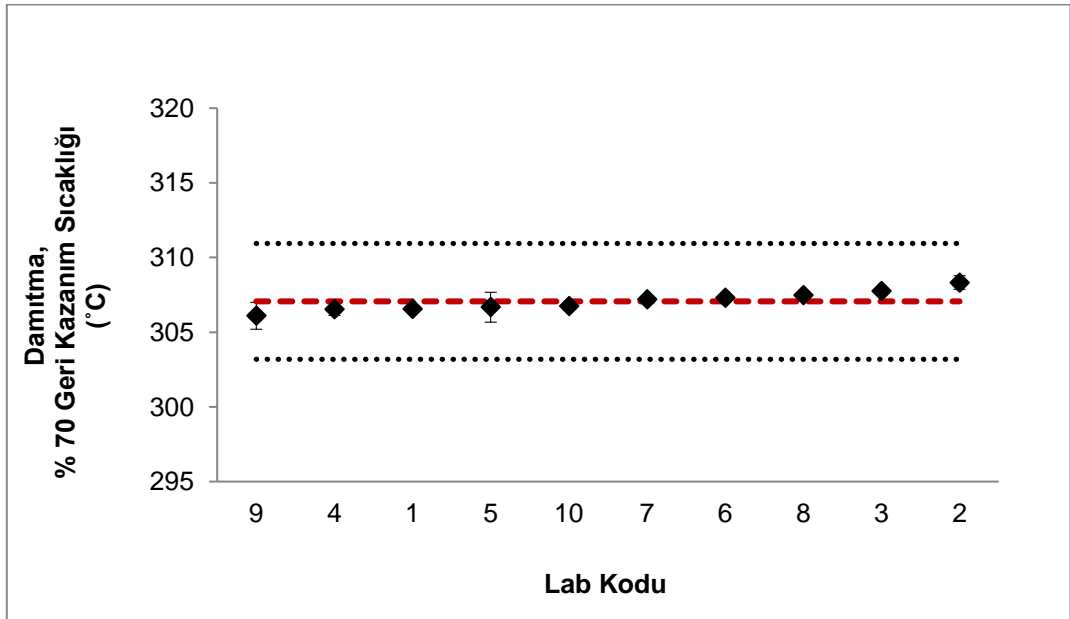
Şekil 75. UME CRM 1502 Damıtma % 40 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon



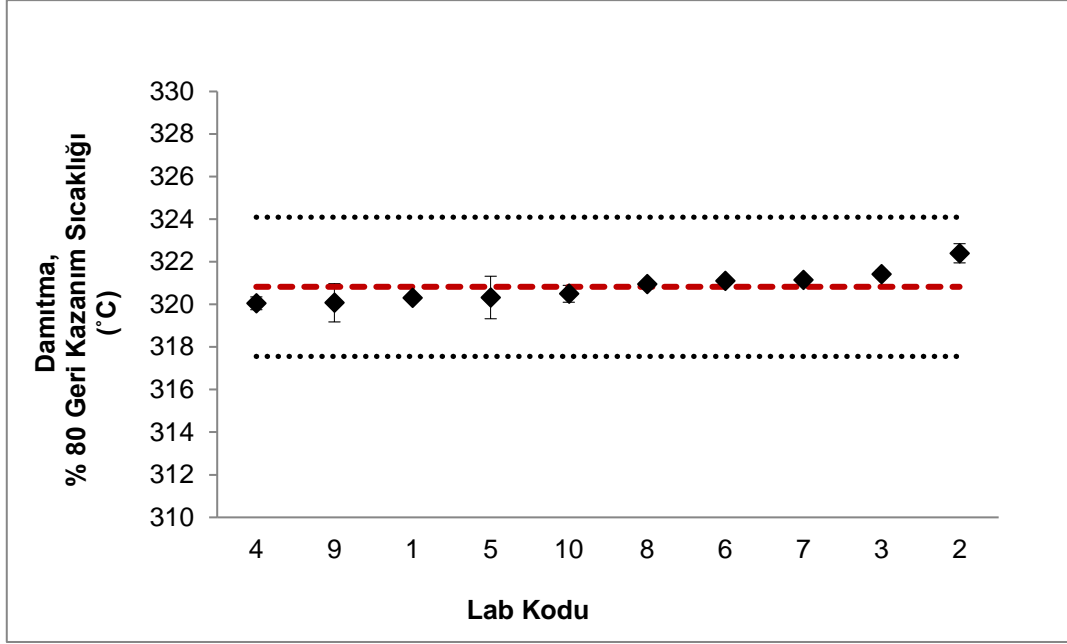
Şekil 76. UME CRM 1502 Damıtma % 50 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon



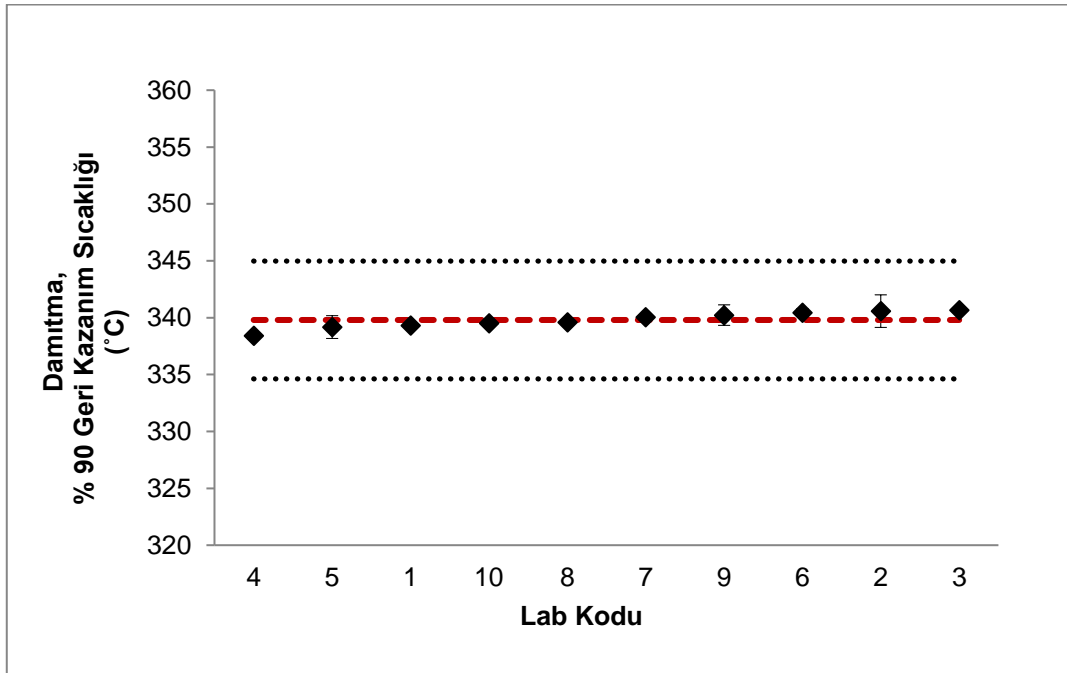
Şekil 77. UME CRM 1502 Damıtma % 60 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon



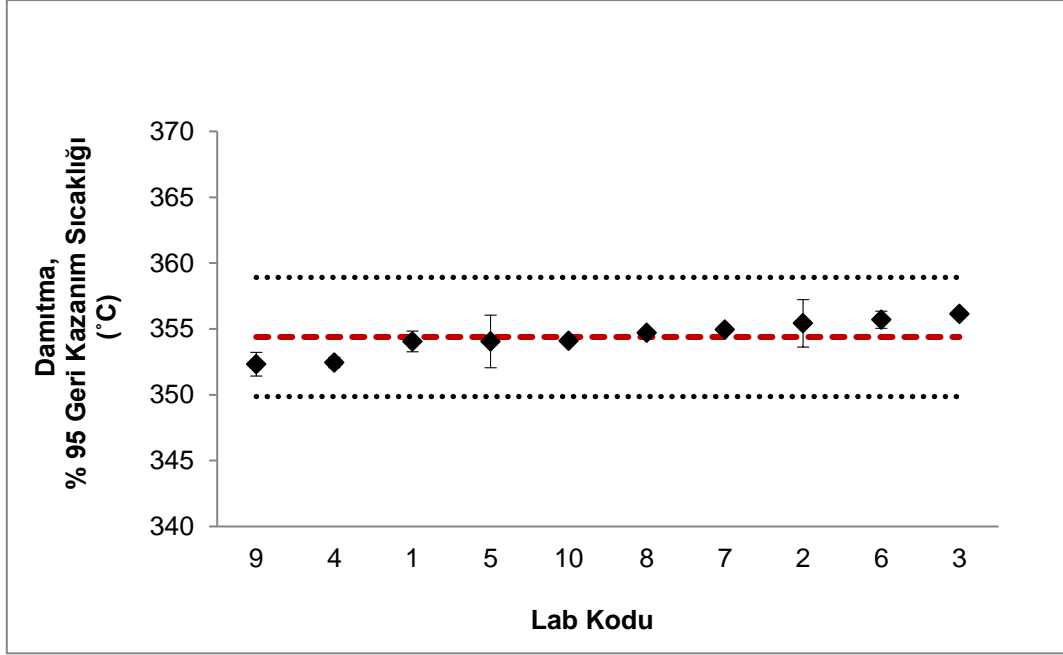
Şekil 78. UME CRM 1502 Damıtma % 70 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon



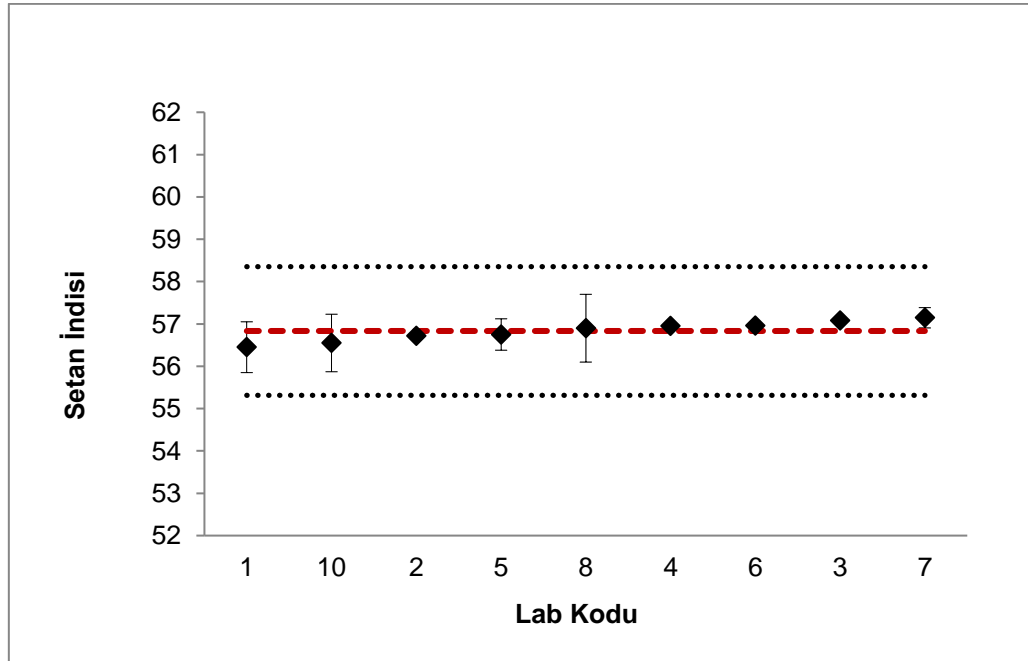
Şekil 79. UME CRM 1502 Damıtma % 80 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon



Şekil 80. UME CRM 1502 Damıtma % 90 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon

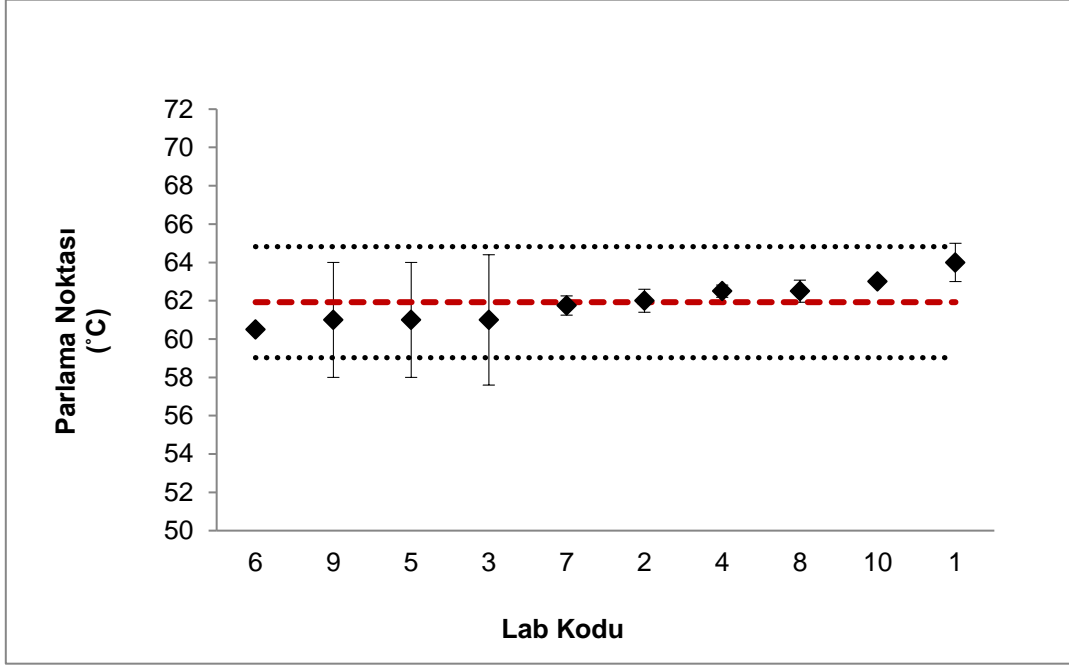


Şekil 81. UME CRM 1502 Damıtma % 95 Geri Kazanım Sıcaklığı, Karakterizasyon

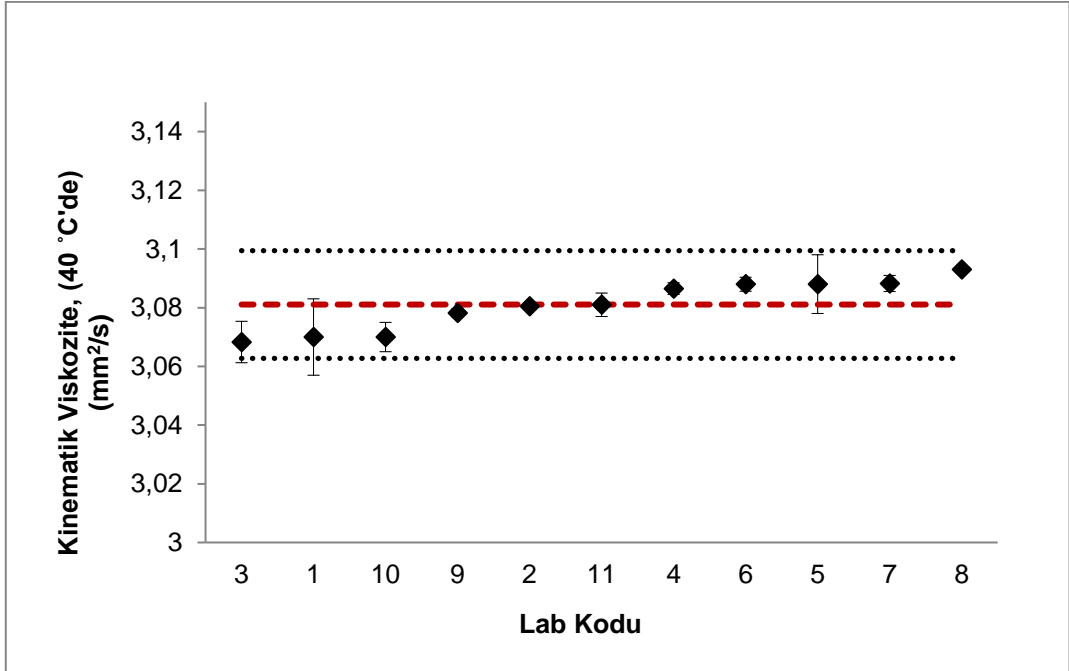


Şekil 82. UME CRM 1502 Setan İndisi, Karakterizasyon

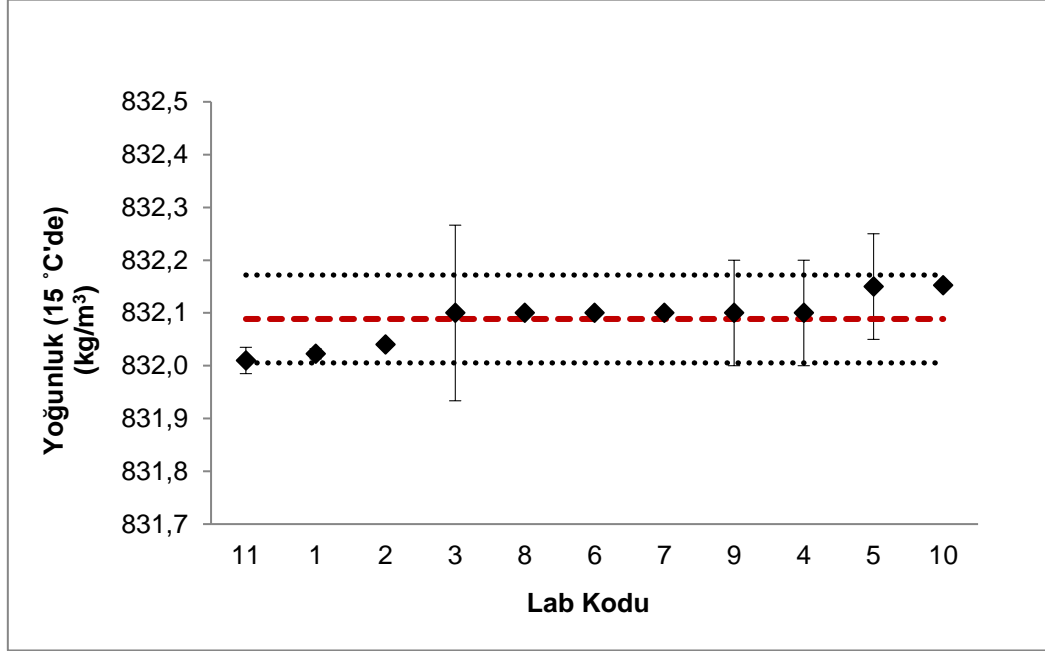




Şekil 83. UME CRM 1502 Parlama Noktası, Karakterizasyon



Şekil 84. UME CRM 1502 Kinematik Viskozite (40 °C'de), Karakterizasyon



Şekil 85. UME CRM 1502 Yoğunluk (15 °C'de), Karakterizasyon