

Element Kalibrasyon Çözeltileri
Sertifikalandırma Raporu
UME CRM 2200 Serisi
(As, Cd, Co, Zn)

Dr. Murat TUNÇ
Dr. Süleyman Z. CAN
Gökhan AKTAŞ

Dr. F. Gonca COŞKUN
Tülin ERDOĞAN

Doç. Dr. Oktay CANKUR
Özkan GÜLERYÜZ

Tarih
02.12.2025



Doç. Dr. Mustafa ÇETİNTAŞ
Enstitü Müdürü

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER.....	2
KISALTMALAR.....	3
ÖZET.....	4
GİRİŞ	5
KATILIMCILAR	6
MALZEME İŞLEME	6
Malzeme Tanımları ve Kaynakları	6
Malzeme Hazırlama	6
Gravimetrik Tartım	7
Homojenleştirme ve Şişeleme	7
HOMOJENLİK	8
KARARLILIK.....	10
Kısa Dönem Kararlılık Çalışması Sonuçları.....	10
Uzun Dönem Kararlılık Çalışması Sonuçları.....	11
KARAKTERİZASYON.....	12
ÖZELLİK DEĞERLERİNİN VE BELİRSİZLİKLERİNİN ATANMASI.....	13
BİLGİLENDİRME AMAÇLI DEĞER	15
İZLENEBİLİRLİK.....	15
KULLANIM TALİMATI.....	15
KAYNAKLAR	16
REVİZYON TARİHÇESİ	17
EKLER	18
Ek 1. Homojenlik Çalışması Grafikleri	18
Ek 2. Kısa Dönem Kararlılık Çalışması Grafikleri	20
Ek 3. Uzun Dönem Kararlılık Çalışması Grafikleri	22

KISALTMALAR

α	Anlamlılık derecesi
AAS	Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi
GUM	Ölçüm Belirsizliğinin Hesaplanması Kılavuzu
HDPE	Yüksek yoğunluklu polietilen
ICP-MS	Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometrisi
ICP-OES	Endüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometrisi
HP-ICP-OES	Yüksek Peromanslı Endüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometrisi
ISO	Uluslararası Standardizasyon Organizasyonu
KDK	Kısa Dönem Kararlılık
$MS_{between}$	Gruplar arası kareler ortalaması
MS_{within}	Gruplar içi kareler ortalaması
N	Grup içi tekrar sayısı
PS	Primer Standart
RSD	Bağıl standart sapma
s	Standart sapma
s_{bb}	Üniteler arası standart sapma
SGT	Tek Yönlü Grubb's Testi
SI	Uluslararası Birimler Sistemi
SRM	Sertifikalı referans malzeme
s_{wb}	Ünite içi standart sapma
u_{bb}	Üniteler arası heterojenlikten kaynaklanan standart belirsizlik
u_{bb}^*	Metot tekrarlanabilirliği tarafından gizli kalabilen üniteler arası heterojenlikten kaynaklanan standart belirsizlik
u_{char}	Karakterizasyon standart belirsizliği
$u_{char,rel}$	Karakterizasyon bağıl standart belirsizliği
UDK	Uzun dönem kararlılık
u_{lts}	Uzun dönem kararlılığa bağlı standart belirsizlik
$u_{lts,rel}$	Uzun dönem kararlılığa bağlı bağıl standart belirsizlik
u_{sts}	Kısa dönem kararlılığa bağlı standart belirsizlik
$u_{sts,rel}$	Kısa dönem kararlılığa bağlı bağıl standart belirsizlik
$v_{MSwithin}$	MS_{within} serbestlik derecesi

Sayfa 4 / 23	TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ	UME CRM 2200 Serisi
--------------	---	--------------------------------------

ÖZET

Bu rapor, saf element veya element tuzları Primer Standartları (PS) kullanılarak hazırlanan Element Kalibrasyon Çözeltileri sertifikalı referans malzemelerinin (SRM) üretimi ve SRM kütle kesirlerinin sertifikalandırılması süreçlerini içermektedir. Referans malzeme üretim süreçleri gravimetrik SRM hazırlama, homojenlik, kısa dönem kararlılık, uzun dönem kararlılık ve karakterizasyon ölçümleri aşamalarından oluşmaktadır. Malzemelerin sertifikalandırma çalışmaları ISO 17034:2016 [1] ve ISO 33405:2024 [2] standartlarının gerekliliklerine uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Sertifikalandırma sürecinde gerçekleştirilen kimyasal ölçümlerde TS EN ISO/IEC 17025:2017 [3] gereklilikleri yerine getirilmiştir. Sertifika değerlerine ait belirsizlikler, JCGM 100:2008 ölçüm belirsizliği rehberine (GUM) [4] uygun olarak hesaplanmıştır.

Bu referans malzeme üretim projesinin tüm aşamalarının planlanması, gerçekleştirilen faaliyetlerin koordinasyonu, deneylerin gerçekleştirilmesi ve elde edilen tüm verilerin değerlendirmesi TÜBİTAK UME uzmanları tarafından Enstitü altyapısı kullanılarak yapılmıştır.

Element kalibrasyon çözeltilerinin, elementlerin tayininde kalibrasyon standardı olarak kullanılması amaçlanmıştır.

Sayfa 5 / 23	TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ	UME CRM 2200 Serisi
--------------	---	--------------------------------------

GİRİŞ

Kimyasal ölçümlerde güvenilir ölçümler elde etmenin temel koşullarından biri, kalibrasyonun doğru ve izlenebilir kaynaklarla gerçekleştirilmesidir. Element kalibrasyon çözeltileri, inorganik kimyasal ölçümlerin doğruluğunu sağlamak için kullanılan temel bileşenlerden biridir. Bu çözeltiler, sertifikalı referans malzeme (SRM) olarak üretilir ve uluslararası ölçüm sistemine (SI) izlenebilir olmalıdır [5-7]. Bu rapor, elemental analizlere yönelik söz konusu çözeltilerin hazırlanışı, sertifikalandırma ve değer atama süreçleri ve bilgileri ile kullanım koşullarını kapsamlı şekilde ele almaktadır.

Element kalibrasyon çözeltileri, saflık değeri belirli elemental ya da tuz formunda elementlerin bilinen derişimlerde hazırlandığı çözelti formunda sıvı referans malzemelerdir. Bu malzemeler cihaz kalibrasyonu amacıyla ölçüm sonuçlarının uluslararası birimler sistemine (SI) izlenebilirliğini sağlamak için kullanılır. Bu çözeltiler, ISO 17034 [1] standardı gerekliliklerine göre yeterlilik belgesine sahip üreticiler tarafından hazırlanmalı ve kullanıcılara sunulmalıdır. Malzemelerin belirsizliğiyle beraber bir atanmış değere sahip olması, izlenebilirlik beyanının açık olması, üretim ve tavsiye edilen tüketim tarihlerinin verilmiş olması ve kullanıcıya yönelik kullanım koşullarının açık ve net olarak tanımlanmış olması beklenir.

Ülkemizde ve dünyada kamu kurum/kuruluşları ile özel sektörde faaliyetlerini sürdüren birçok laboratuvar elemental analizler yapmaktadır. Çevresel kirleticilerin izlenmesi, gıda güvenliği, madencilik ve jeoloji, malzeme geliştirme çalışmaları, klinik analizler gibi birçok farklı alanda faaliyet gösteren laboratuvarlar doğru ve izlenebilir analizler için bu malzemelere ihtiyaç duyarlar. Analiz sonuçlarının çoğu zaman bilimsel veya yasal nedenlerle bir değere göre yorumlanması gerektiği durumlarda yapılan ölçümün belirsizliği karar kuralının uygulanmasında önemli bir yere sahip olur. Düşük belirsizlik ve yüksek doğrulukta sonuçların elde edilmesi de bu ölçümlerde kullanılan element kalibrasyonu amacıyla üretilen SRM'lerin oldukça düşük belirsizliklere sahip olmasını zorunlu kılar.

Bu çalışma ile ülkemizde element analizi yapan laboratuvarların kalibrasyon standardı ihtiyaçlarına yönelik olarak SI izlenebilir kalibrasyon standartları üretilmiş ve ülkede yapılan ölçümlerin SI birimler sistemine metrolojik izlenebilirliğinin TÜBİTAK UME üzerinden sağlanması amaçlanmıştır. UME CRM 2203, UME CRM 2211, UME CRM 2213 ve UME CRM 2270 malzemeleri ile sırasıyla Arsenik, Kadmiyum, Kobalt ve Çinko elementlerinin 1000 mg/kg seviyesinde nominal derişimlere sahip kalibrasyon standartları üretilmiş olup her bir malzeme için kütle kesri sertifikalandırılmıştır. Sertifikalandırma işlemi sonucu atanan kütle kesirleri, saflık tayini TÜBİTAK UME tarafından yapılan yüksek saflıktaki metaller ve tuzlar ile gravimetrik çözelti hazırlama ve Yüksek Performanslı Endüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometrisi (HP-ICP-OES) [8, 9] analizi sonuçları kullanılarak belirlenmiştir. Malzeme hazırlamada ve HP-ICP-OES ölçümlerinde kullanılan kalibrasyon Primer Standartları (PS) inert ortamda (*glove box* içinde) muhafaza edilmektedir ve kullanımdan önce kurutulmuştur.

Sertifikalandırma işlemi ISO 17034:2016 [1] standardı ve ISO 33405:2024 [2] rehber dokümanı esas alınarak belirlenmiş olan gerekliliklere uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Sertifikalandırma sürecindeki ölçümler TS EN ISO/IEC 17025:2017 [3] standardı gereklilikleri karşılanarak yapılmıştır. Sertifika değerlerine ait belirsizlikler, JCGM 100:2008 ölçüm belirsizliği rehberine (GUM) uygun olarak hesaplanmıştır [4].

Sayfa 6 / 23	TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ	UME CRM 2200 Serisi
--------------	---	--------------------------------------

TÜBİTAK UME tarafından üretilen UME CRM 2203, UME CRM 2211, UME CRM 2213 ve UME CRM 2270 sertifikalı referans malzemelerinin As, Cd, Co, ve Zn elementlerinin tayininde kalibrasyon standardı olarak kullanılması hedeflenmiştir.

KATILIMCILAR

Sertifikalı referans malzeme üretimi için malzeme işleme, homojenlik, kararlılık ve karakterizasyon çalışmaları ile projenin diğer faaliyetlerinde yer alan kuruluşa ait bilgiler Tablo 1’de verilmektedir.

Tablo 1. Üretim ve Sertifikalandırma Süreçlerine Katılım Sağlayan Kuruluşlar

İş Tanımı	Laboratuvar/Kurum
Malzeme İşleme	TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) Gebze - Kocaeli, Türkiye
Homojenlik Çalışması	
Kararlılık Çalışmaları	
Karakterizasyon Çalışması	
Proje Yönetimi ve Veri Değerlendirme	

MALZEME İŞLEME

Malzeme Tanımları ve Kaynakları

Sertifikalı referans malzemelerin üretiminde kullanılan yüksek saflıkta malzemeler (PS) ve saflık değerleri bilgileri Tablo 2’de verilmektedir.

Tablo 2. Malzeme Üretiminde Kullanılan Primer Standartlar ve Saflık Değerleri

SRM	PS	Malzeme	Saflık Değeri (%)
UME CRM 2203 (As)	UME PS 2203	As metali	99,9877 ± 0,0035
UME CRM 2211 (Cd)	UME PS 2211	Cd metali	99,9953 ± 0,0012
UME CRM 2213 (Co)	UME PS 2213	Co metali	98,104 ± 0,097
UME CRM 2270 (Zn)	UME PS 2270	Zn metali	99,9908 ± 0,0054

Malzeme Hazırlama

Her bir SRM’nin üretiminde kullanılan PS’ler hedeflenen kütle kesri doğrultusunda gravimetrik tartımları yapılmıştır. Her malzeme için asitle çözünürleştirme işlemi sırasında bilinen tepkime oranına göre tüketilecek asit miktarı ve son çözeltide hedeflenen asit derişimi hesaplanmış ve toplam asit miktarı kullanılarak tartılan metal çözündürülmüştür. Bu işlem için kullanılan asit çözücü içeriği ve hedeflenen son çözeltideki asit derişimi bilgileri Tablo 3’te verilmektedir.

Tablo 3. Çözme İşleminde Kullanılan Asit ve Hedeflenen Son Çözelti Derişimleri

SRM	PS Çözücü Kompozisyonu	Hedeflenen Son Çözelti Derişimi
UME CRM 2203 (As)	% 60-65 (w/w) HNO ₃	% 2 (w/w) HNO ₃
UME CRM 2211 (Cd)	% 60-65 (w/w) HNO ₃	% 2 (w/w) HNO ₃
UME CRM 2213 (Co)	% 60-65 (w/w) HNO ₃	% 2 (w/w) HNO ₃
UME CRM 2270 (Zn)	% 60-65 (w/w) HNO ₃	% 2 (w/w) HNO ₃

Gravimetrik Tartım

Sertifikalı referans malzemelerde nominal kütle oranı değeri 1000 mg/kg olarak belirlenmiştir. Her malzeme için hedeflenen kütle kesrine ulaşmak için gerekli olan PS miktarı belirlenmiş ve ikame tartımı yoluyla tartım yapılmıştır. Bu yöntemde iki ağırlık arasındaki ortalama farkı belirlemek için bir standart ve bir bilinmeyen ağırlığın karşılaştırıldığı bir ikame tartım prosedürü uygulanmaktadır. Bu şekilde, terazi bir komparatör olarak kullanıldığından terazinin kalibrasyon hatası ortadan kaldırılmaktadır. İkame tartımı yapıldığında, Uluslararası Birimler Sistemine (SI) izlenebilirlik doğrudan kütle standartları tarafından gerçekleştirilmekte, böylece ölçüm sonucunun belirsizliği azaltılmaktadır. Kütle standartları ile numune arasındaki kütle farkı oldukça düşük olduğundan, terazi belirsizliğindeki doğrusallık bileşeni ihmal edilebilir düzeyde olmaktadır.

Tartım işlemi Sartorius MSA524S terazi kullanılarak OIML E2 sınıfı kütle seti yardımıyla yapılmıştır. Terazi ve kütle seti kalibrasyonları TÜBİTAK UME Kütle Laboratuvarı tarafından yapılmıştır. Referans malzemenin hazırlanacağı 60 L'lik HDPE bidon temizlenmiş, kirlilik kontrolü yapılmış ve laminar akışlı kabinde kurutulmuştur. Temizlenmiş bidonun boş tartımı (kapağı ile birlikte) Kütle Laboratuvarı tarafından ikame tartım olarak yapılmıştır. Boş tartım yapılan bidon ISO 7 sınıfı temiz odada uç filtresi (0,22 µm) ve UV lambalı su saflaştırma sistemi kullanılarak 40 L ultra saf su (18,2 MΩ·cm) ile doldurulmuştur. Beherdeki ikame tartım yoluyla tartılmış ve asitle çözündürülmesiyle oluşan çözelti bidona aktararak, beher en az 10 kez ultra saf su ile çalkalanmış ve bu sular da bidona aktarılmıştır. Bidon ultra saf su ile yaklaşık 60 kg'a tamamlanarak kapağı kapatılmış ve TÜBİTAK UME Kütle Laboratuvarı'na götürülmüştür. Ultra saf su ile hedef ağırlığa tamamlanarak tartım öncesinde tartımın yapılacağı laboratuvar da en az 17 saat homojenleştirilmiş ve bu şekilde SRM'nin tartımdan önce ortam sıcaklığına gelmesi sağlanmıştır. Homojenleştirilen malzemenin ikame tartımı bir sonraki gün yapılmıştır.

Homojenleştirme ve Şişeleme

Referans malzemenin şişelere dolumu ISO 7 sınıfı temiz laboratuvar da yapılmıştır. Daha önceden temizlenerek kirlilik kontrolü yapılmış, kurutulmuş ve otomatik etiketleme sistemi (Farmatek, Türkiye) kullanılarak etiketlenmiş olan yaklaşık 600 adet 125 mL'lik HDPE şişeye, her bir şişede (100 ± 5) mL olacak şekilde el ile dolum yapılmıştır. Her bir şişe aynı sıra numaralı ikinci bir etiket yapıştırılmış alüminyum saşelerin içerisine konulmuş ve saşelerin ağzı ısıtılarak kapatılmıştır. Saşelerin içerisine yerleştirilen yaklaşık 600 şişe (bundan sonra "ünite" olarak adlandırılacaktır) belirlenen saklama koşulları altındaki depolama alanına aktarılmıştır.

HOMOJENLİK

Homojenlik testleri, her bir malzeme için ayrı ayrı olmak üzere dolum sırasına göre numaralandırılmış parti içinden tabakalı rastgele numune seçimi prensibine göre 10 ünitenin seçilmesiyle gerçekleştirilmiştir. Rastgele numune seçimi, TÜBİTAK UME tarafından hazırlanan "TRaNS" yazılımı kullanılarak yapılmıştır. Böylelikle, seçilen örneklerin toplam numune sayısını temsil etmesi garanti altına alınmıştır. Homojenlik testleri, 10 ünitenin her birinden 3 alt örnek hazırlanarak gerçekleştirilmiştir. Testler için yapılan ölçümler, Spectro Arcos ICP-OES sistemi ile geçerli kılınmış HP-ICP-OES metodu kullanılarak yapılmış olup, dolum ve analiz sırasında ortaya çıkması olası eğilimlerin bağımsız olarak görülebilmesi için ölçümler rastgele sıralamayla yapılmıştır.

Analizler sonucunda her bir parametre için elde edilen kütle kesri değerlerinin istatistiksel değerlendirmesi tek-etken varyans analizi (ANOVA) kullanılarak yapılmıştır. ANOVA ile istatistiksel değerlendirmenin yapılması öncesinde veri dağılımları incelenmiştir. Bu amaçla, ünite içi ve üniteler arası elde edilen sonuçlar histogramlar kullanarak tek tepeli dağılım için kontrol edilmiştir. Buna ek olarak, elde edilen verilerin Shapiro-Wilk testi uygulanarak da genelde normal dağılım gösterdiği görülmüştür. Bu istatistiksel testler, TÜBİTAK UME Kimya Grubu tarafından Microsoft Excel® ile oluşturulan ve geçerli kılınmış şablonlar kullanılarak yapılmıştır. Sonuçlar Tablo 4'te verilmektedir.

Yapılan değerlendirmeler sonucunda tüm malzemeler için her bir ünite ortalamalarından ortaya çıkarılan 10 ünitenin (üniteler arası) dağılımının normal dağılım olarak kabul edilebileceği tespit edilmiştir. Buna ek olarak UME CRM 2270 (Zn) malzemesinde normal dağılımda çift tepeli bir dağılım gözlemlenmiştir.

Ölçüm sonuçları, aykırı değer olup olmadığı ve analitik ölçüm ve/veya dolum sıralamasına bağlı olarak herhangi bir eğilim olup olmaması açısından istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. Malzemelerin hiçbirinde aykırı değer gözlemlenmemiştir.

Ölçüm sonuçları ölçüm sırası ve dolum sırasına bağlı olarak herhangi bir eğilimin varlığına göre incelemesinde UME CRM 2203 (As) malzemesinin % 95 güvenilirlik seviyesine göre analizinde dolum kaynaklı bir eğilim gözlemlenmiştir. Veri değerlendirmesi bu eğilimin belirsizlik katkısını toplam homojenlik belirsizliğine dahil etmektedir. UME CRM 2211 (Cd) malzemesinde ise analiz sıralamasına bağlı bir eğilim gözlemlenmektedir. Bu eğilim şablon yardımıyla veri ortalamasına göre normalizasyon yöntemiyle düzeltilmiş ve hesaplamada düzeltilmiş veriler dikkate alınmıştır.

Tek yönlü ve çift yönlü Grubb's testleri uygulandığında aykırı değere rastlanmamıştır.

Tablo 4. Homojenlik Testi Sonuçlarının İstatistiksel Değerlendirmesi

Malzeme	Sıralamaya bağlı eğilim var mı?		Aykırı değer var mı?		Dağılım?
	Ölçüm kaynaklı	Dolum kaynaklı	Tüm veri	Ünite ortalamaları	Normal / Tek Tepeli
UME CRM 2203 (As)	Hayır	Evet	Hayır	Hayır	Evet / Evet
UME CRM 2211 (Cd)	Evet	Hayır	Hayır	Hayır	Evet / Evet
UME CRM 2213 (Co)	Hayır	Hayır	Hayır	Hayır	Evet / Evet
UME CRM 2270 (Zn)	Hayır	Hayır	Hayır	Hayır	Evet / Hayır

ANOVA kullanarak ünite içi (s_{wb}) ve üniteler arası (s_{bb}) standart sapmanın hesaplanmasında sırasıyla aşağıda verilen Eşitlik (1) ve Eşitlik (2) uygulanmaktadır [10]:

$$s_{wb} = \sqrt{MS_{within}} \quad (1)$$

MS_{within} : Ünite içi varyansın karelerinin ortalaması,

s_{wb} : Alt örnekler tüm üniteyi temsil ettiği sürece metodun standart sapmasına eşdeğerdir.

$$s_{bb} = \sqrt{\frac{MS_{between} - MS_{within}}{n}} \quad (2)$$

$MS_{between}$: Üniteler arası varyansın karelerinin ortalaması,

N : Ünite başına tekrar sayısıdır.

Metot tekrarlanabilirliğinin malzemenin homojenliğini tespit edebilecek derecede iyi olmadığı durumlar veya ölçüm esnasında rastgele meydana gelmiş olabilecek dalgalanmalardan dolayı $MS_{between}$ MS_{within} 'den küçük olarak bulunabilmektedir. Bu durumlarda s_{bb} hesaplanamayacağından, metot tekrarlanabilirliğini de kapsayan en yüksek heterojenlik belirsizliği olarak u_{bb}^* Eşitlik (3) kullanılarak hesaplanır.

$$u_{bb}^* = \frac{s_{wb}}{\sqrt{n}} \sqrt[4]{\frac{2}{v_{MS_{within}}}} \quad (3)$$

$v_{MS_{within}}$: MS_{within} değerinin serbestlik derecesidir.

Homojenlik çalışmasından elde edilen sonuçla Tablo 5'te verilmiştir. ANOVA uygulanarak gerçekleştirilen hesaplamalarda, s_{bb} veya u_{bb}^* için bulunan değerlerden büyük olan değer homojenlik belirsizlik bileşeni u_{bb} olarak alınmıştır.

Tablo 5. Homojenlik Çalışmalarının Sonuçları

Malzeme	$s_{bb,rel}$ (%)	$u_{bb,rel}^*$ (%)	$u_{bb,rel}$ (%)
UME CRM 2203 (As)	0,01	0,01	0,02**
UME CRM 2211 (Cd)	0,03	0,03	0,03
UME CRM 2213 (Co)	$MS_{between} < MS_{within}$	0,05	0,05
UME CRM 2270 (Zn)	0,08	0,05	0,08

**Homojenlik belirsizlik bileşeni $u_{bb,rel}$ (%) dolum kaynaklı eğilimin belirsizliğini de içeren u_{rec} kullanılarak hesaplanmıştır.

Aday SRM'de sertifikalandırılacak tüm parametreler için elde edilen heterojenlik kaynaklı belirsizlik değerleri hedeflenen maksimum belirsizlik değeri olan % 0,2'nin altında olduğu tespit edilmiştir. Homojenlik testlerinde elde edilen verilere ait grafikler Ek 1'de sunulmuştur.

Sayfa 10 / 23	TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ	UME CRM 2200 Serisi
---------------	---	--------------------------------------

KARARLILIK

Kararlılık çalışmaları, sertifikalı referans malzemenin kullanıcıya gönderilmesi sırasında meydana gelebilecek çevresel şartlar (kısa dönem kararlılık, KDK) ve depolama şartlarının (uzun dönem kararlılık, UDK) laboratuvar ortamında benzer koşullar oluşturulması ile gerçekleştirmiştir. Kısa dönem kararlılık testi için seçilen 14 ünite ve uzun dönem kararlılık testi için seçilen 14 ünite, TRaNS yazılımı kullanılarak, rastgele tabakalı örnek seçimi prensibiyle belirlenmiştir. Sertifikalandırılacak elementlerin kararlılık ölçümleri Spectro Arcos ICP-OES sistemi ile HP-ICP-OES metodu kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Kısa dönem kararlılık çalışmaları için test edilecek sıcaklıklar +21 °C ve +45 °C, süreler ise 1, 2 ve 4 hafta olarak belirlenmiştir. Her iki sıcaklıkta da test edilecek her bir zaman aralığı için 2 ünite o sıcaklıktaki test kabine/etüve konmuştur. Kararlılık testinde referans nokta için 2 ünite ayrılmış olup, bu üniteler doğrudan referans sıcaklığı olan +4 °C'ye yerleştirilmiştir. Her bir test süresinin sonunda her iki sıcaklık ortamından ilgili üniteler referans sıcaklığa transfer edilmiştir. Dört haftalık test süresi tamamlandığında referans sıcaklığa transfer edilen bütün üniteler, referans olarak kullanılacak ünitelerle birlikte eşzamanlı (*isochronous*) olarak analiz edilmiştir.

Uzun dönem kararlılık testi tek bir sıcaklık için +21 °C'de eşzamanlı (*isochronous*) yöntem kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Başlangıç değeri, çalışmanın başlangıcında 2 adet referans ünitelerden yapılan 3 paralel analiz ile belirlenmiştir. Daha sonra +21 °C'de test sıcaklığındaki UDK örneklerinden her 60 günde bir 2'şer ünite +4 °C referans sıcaklığa transfer edilmiş ve referans olarak kullanılacak ünitelerle birlikte eşzamanlı (*isochronous*) olarak her ünitelerden 3'er paralel olacak şekilde analiz edilmiştir.

Her iki kararlılık testi için ölçümler, dolum veya test süresine bağlı olası eğilimlerle analitik sıralamaya bağlı eğilimlerin ayırt edilebilmesi için, test süresi ve dolum sırası rastgele sıralanacak şekilde oluşturulan analitik ölçüm dizisi ile analiz edilmiştir. Elde edilen verilerin istatistiksel hesaplamaları TÜBİTAK UME Kimya Grubu uzmanlarınca hazırlanan Microsoft Excel® ile oluşturulan ve geçerli kılınmış şablonlar kullanılarak yapılmıştır.

Kısa Dönem Kararlılık Çalışması Sonuçları

Kısa dönem kararlılık çalışmasındaki eşzamanlı gerçekleştirilen ölçüm sonuçları öncelikle aynı zaman noktalarına göre gruplandırılmış ve her bir zaman noktası için değerlendirme yapılmıştır. Bu değerlendirmeler her iki sıcaklık için ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir.

Her bir süre için elde edilen ölçüm değerleri, o sıcaklık grubundaki diğer değerlerle uyumluluklarının belirlenmesi için Grubb's testi uygulanarak % 95 ve % 99 güvenilirlik seviyesinde aykırı değerler açısından incelenmiştir. Yapılan incelemede sadece UME CRM 2270 (Zn) malzemesinin +45 °C testinde aykırı bir değer tespit edilmiştir. Bu aykırı değer 2. ay test noktasına ait bir ünitenin (401 nolu ünite) üç tekrarlı ölçümünün birinde tespit edilmiş olup aynı ünitenin diğer iki tekrarında herhangi bir uyumsuzluk tespiti yapılmamıştır. Sonuç olarak bu aykırılığın kirlenmeye bağlı olduğu sonucuna varılmıştır. Ancak bu verinin hesaplamaya dahil edilmesinin toplam belirsizliğe katkısının önemsiz seviyede olmasından dolayı veri grubundan çıkarılmadan hesaplamalar gerçekleştirilmiştir.

Kısa dönem kararlılık verilerinin değerlendirilmesinde her bir zaman noktası için hesaplanan değerlerin zamana karşı grafiği çizilmiş ve zamana karşı derişim değerlerinde herhangi anlamlı bir değişim olup olmadığının belirlenmesi için değişkenler arasındaki ilişki incelenmiştir (*regression analysis*). Her bir element için doğrusal grafikler çizilmiş ve bu eğimlerin % 95 güvenilirlik seviyesinde ($\alpha = 0,05$) sıfırdan

anlamli derecede farklı olup olmadığı t -test (çift kuyruklu t_{crit} değeri) ile test edilmiştir. Kısa dönem kararlılık test sonuçları Tablo 6'da ve grafikler Ek 2'de verilmiştir.

Kısa dönem kararlılığa ilişkin olarak belirsizlik hesaplamaları bu eğime ait belirsizlik ve transfer sırasında maruz bırakılabilecek en uzun süre göz önüne alınarak Eşitlik (4) kullanılarak hesaplanmıştır [8].

$$u_{sts,rel} = \frac{RSD}{\sqrt{\sum(t_i - \bar{t})^2}} \times t \quad (4)$$

Burada,

RSD : Regresyon eğrisi üzerindeki noktaların bağıl standart sapması,

t_i : Her bir paralel için zaman noktası,

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

t : Transfer için öngörülen maksimum süre: 2 hafta.

Tablo 6. Kısa Dönem Kararlılık Testleri Sonuçları ve 2 Hafta Süre için Belirsizlik Değerleri

Malzeme	% 95 Güvenilirlik seviyesinde aykırı değer sayısı		% 95 Güvenilirlik seviyesinde eğim sıfırdan farklı mı?		+21 °C 2 hafta $u_{sts,rel}$ (%)	+45 °C 2 hafta $u_{sts,rel}$ (%)
	+21 °C	+45 °C	+21 °C	+45 °C		
UME CRM 2203 (As)	-	-	Hayır	Hayır	0,01	0,01
UME CRM 2211 (Cd)	-	-	Hayır	Hayır	0,03	0,03
UME CRM 2213 (Co)	-	-	Hayır	Hayır	0,02	0,01
UME CRM 2270 (Zn)	-	1	Hayır	Hayır	0,04	0,10

Yapılan değerlendirme sonucunda, üretilen sertifikalı referans malzemelerde sertifikalandırılacak olan parametrelerin 2 hafta süre ile hem +21 °C hem de +45 °C'de kararlı olduğu görülmüştür. Bu çalışmanın sonucunda örneklerin sıcaklığın +45 °C'yi ve sürenin 2 haftayı geçmemesi koşulu ile son kullanıcıya herhangi bir soğutma yapılmadan ulaştırılabileceği sonucuna varılmıştır. Sertifikalarda verilen belirsizlikler en fazla +45 °C transfer sıcaklığı ve 2 hafta transfer süresi dikkate alınarak hesaplanmış belirsizlikleri içermektedir.

Uzun Dönem Kararlılık Çalışması Sonuçları

Üretilen SRM'lerin raf ömrü, uzun dönem kararlılık çalışmaları sonuçlarına göre belirlenmektedir. Yukarıda bahsedildiği gibi her bir zaman noktası için 2 ünite kullanılmış ve her üniteden 3 bağımsız paralel örnek hazırlanarak uzun dönem kararlılık testi ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada test süresi 12 aylık bir zaman dilimini kapsayacak ve toplam 7 zaman noktası olacak şekilde tasarlanmıştır. Her bir zaman noktasında 3 tekrarlı ölçüm sonuçlarına ait grafikler Ek 3'te verilmiştir. Her bir zaman noktasındaki hata çizgileri her 2 ünite için elde edilen 3 sonucun standart sapması olarak hesaplanmıştır.

Elde edilen veriler içerisinde, tek ve çift yönlü Grubb's testi uygulanarak % 95 ve % 99 güvenilirlik seviyelerinde aykırı değerler olup olmadığına dair inceleme yapılmıştır. Bu inceleme sonucuna göre hiçbir malzeme için % 95 ve % 99 güvenilirlik seviyesinde herhangi bir aykırı değer tespit edilmemiştir.

Çalışmada elde edilen değerler, zamana karşı derişim grafiğinde uyum çizgisi (regresyon çizgisi) çizilerek incelenmiştir. Test edilen sıcaklıkta, (21 ± 3) °C, çizilen eğim çizgileri için % 95 güvenilirlik seviyesinde uygulanan *t*-testi sonucunda, tüm parametreler için eğimin sıfırdan anlamlı şekilde farklı olmadığı tespit edilmiştir.

Uzun dönem kararlılık, toplam belirsizlik bütçesine katkı sağlayan dört parametreden biridir. Sertifikalı referans malzemenin uzun dönem kararlılıktan kaynaklanan belirsizlik değeri Eşitlik (5) kullanılarak hesaplanmıştır [11].

$$u_{ts,rel} = \frac{RSD}{\sqrt{\sum(t_i - \bar{t})^2}} \times t \quad (5)$$

Burada,

RSD : Regresyon eğrisi üzerindeki noktaların bağıl standart sapması,

t_i : Her bir paralel için zaman noktası,

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

t : 21 °C sıcaklıkta muhafaza için belirlenen raf ömrü: 18 ay.

Bu şekilde hesaplanan sonuçlar Tablo 7'de, grafikler ise Ek 3'te verilmiştir. Uzun dönem kararlılıktan kaynaklanan belirsizliğin toplam belirsizliğe katkısı için raf ömrü 18 ay olarak belirlenmiştir. Belirlenen raf ömrünün sonrasındaki kararlılığı güvence altına almak için sertifikalandırma sonrası izleme (SSI) sonuçlarına dayanarak belli dönemlerde tekrar değerlendirmeler yapılacaktır.

Tablo 7. Uzun Dönem Kararlılık Testi Sonuçları ve 18 Ay Süre için Belirsizlik Değerleri

Malzeme	% 95 Güvenilirlik seviyesinde aykırı değer sayısı	% 95 Güvenilirlik seviyesinde eğim sıfırdan farklı mı?	21 °C, 18 ay $u_{ts,rel}$ (%)
UME CRM 2203 (As)	-	Hayır	0,05
UME CRM 2211 (Cd)	-	Hayır	0,07
UME CRM 2213 (Co)	-	Hayır	0,07
UME CRM 2270 (Zn)	-	Hayır	0,09

KARAKTERİZASYON

Karakterizasyon ölçümleri malzeme için değer atama çalışmasına yönelik en önemli aşamalardan biridir. ISO 17034:2016 standardı karakterizasyon çalışmasının farklı yollarla yapılabileceğini açıklamaktadır. Bu seçeneklerden biri tek bir laboratuvar da referans metot kullanarak yapılan karakterizasyon çalışmasıdır. Diğer bir seçenek ise birden farklı metodun sonuçlarının ağırlıklı veya ağırlıksız ortalamasına dayanmaktadır. Bu üretim sürecinde tüm analitler için gravimetrik çözelti hazırlama ve HP-ICP-OES analiz sonuçlarının ortalaması kullanılarak karakterizasyon gerçekleştirilmiştir.

Gravimetrik çözelti hazırlamada hem saflığı belirlenmiş malzemelerin tartımları, hem de TÜBİTAK UME Kütle Laboratuvarı tarafından gerçekleştirilen boş bidon ve son çözelti tartımları ikame tartım olarak gerçekleştirilmiştir. Karakterizasyon çalışmasının HP-ICP-OES ölçümü, homojenlik için yapılan ölçümlerin aritmetik ortalaması olarak alınmıştır. Bu ölçümler gravimetrik ölçüm prensiplerine uygun, geçerli kılınmış ölçüm metotlarıyla gerçekleştirilmiştir. Kullanılan metodun doğrulanması için NIST 3100 serisi standart çözeltiler kullanılmıştır ve kullanılan standartlar Tablo 8'de verilmiştir.

Tablo 8. Metot Doğrulanması için Kullanılan Standartlar

SRM	Adı	Kodu	İzlenebilirlik
UME CRM 2203 (As)	As Standart Çözeltisi	NIST SRM 3103a	SI
UME CRM 2211 (Cd)	Cd Standart Çözeltisi	NIST SRM 3108	SI
UME CRM 2213 (Co)	Co Standart Çözeltisi	NIST SRM 3113	SI
UME CRM 2270 (Zn)	Zn Standart Çözeltisi	NIST SRM 3168a	SI

Belirsizlik hesaplamaları gravimetrik çözelti hazırlama ve HP-ICP-OES için “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements (GUM)” [13] ve “EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement” dokümanlarına uygun olarak yapılmıştır. Karakterizasyon belirsizlikleri M. S. Lenson et al. (2000) tarafından belirtilen (6) – (8) numaralı eşitlikler kullanılarak birleştirilmiştir [12].

$$u(B) = \frac{|X_{m1} - X_{m2}|}{2\sqrt{3}} \quad (6)$$

$$u(X) = \sqrt{\left(\frac{1}{2}\right)^2 u^2(m_1) + \left(\frac{1}{2}\right)^2 u^2(m_2)} \quad (7)$$

$$u_{char} = \sqrt{u^2(X) + u^2(B)} \quad (8)$$

Burada,

- $u(B)$: İki metodun sonuçlarının farkından kaynaklanan standart belirsizlik değerini,
 $u(X)$: İki metodun belirsizliğinin birleştirilmesinden elde edilen standart belirsizlik değerini,
 u_{char} : Karakterizasyon standart belirsizliğini ifade etmektedir.

ÖZELLİK DEĞERLERİNİN VE BELİRSİZLİKLERİNİN ATANMASI

Sertifikalandırılan özellik değerlerinin ve bunlara ait belirsizliklerinin atanması, her parametre için karakterizasyon çalışmasında elde edilen veriler ve beraberindeki belirsizlik değerlerine ek olarak homojenlik ve kararlılık testlerinden elde edilen verilerden hesaplanan belirsizliklerin katkıları da değerlendirilerek gerçekleştirilmiştir.

Sertifikada verilecek özellik değeri, gravimetrik çözelti hazırlamadan elde edilen değer ve karakterizasyon çalışmasının HP-ICP-OES ölçüm verisinin aritmetik ortalaması alınarak hesaplanmıştır (Eşitlik 9).

$$C_{CRM} = (C_{m1} + C_{m2})/2 \quad (9)$$

Burada C_{CRM} kütle kesri olarak sertifika değerini ifade etmektedir.

Özellik değerine ait belirsizlik değerinin hesaplanmasında karakterizasyon, homojenlik, kısa dönem ve uzun dönem kararlılık belirsizliklerinin katkıları Eşitlik (10)'da verildiği şekilde birleştirilmiştir.

$$u_{CRM} = \sqrt{u_{char}^2 + u_{bb}^2 + u_{sts}^2 + u_{lts}^2} \quad (10)$$

Burada u_{CRM} özellik değerine ait bileşik standart belirsizliği ifade etmektedir. Bu değer, Eşitlik (11)'de gösterildiği şekilde k kapsam faktörü ile çarpılarak sertifika değerine ait genişletilmiş belirsizliğe dönüştürülür.

$$U_{CRM} = k \cdot u_{CRM} \quad (11)$$

Sertifika değerleri ile birlikte verilen belirsizlik değerleri % 95 güvenilirlik seviyesine karşılık gelen kapsam faktörü $k = 2$ ile çarpılarak genişletilmiş belirsizliklerdir. Her bir parametre için sertifika değerleri ve üzerindeki belirsizlikler Tablo 9'de verilmiştir. Kullanıcılar için kullanım kolaylığı açısından kütle kesri olarak elde edilen sertifika değerlerinin Bilgilendirme Amaçlı Değer olarak verilen yoğunluk değeriyle çarpımı sonucu elde edilen kütle derişimi değerleri de aynı tabloda verilmektedir. Belirsizlik bileşenlerinin toplam belirsizlik üzerindeki katkı oranları ise Tablo 10'da verilmiştir.

Tablo 9. Sertifika Değerleri ve Belirsizlikler

Malzeme	Sertifikalandırılan Değer (Kütle Kesri)		Sertifikalandırılan Değer (Kütle Derişimi)	
	C_{CRM} (mg/kg)	U_{CRM} (mg/kg) ($k = 2$)	C_{CRM} (mg/L)	U_{CRM} (mg/L) ($k = 2$)
UME CRM 2203 (As)	997,3	1,4	1009,3	1,4
UME CRM 2211 (Cd)	999,7	2,2	1010,7	2,2
UME CRM 2213 (Co)	998,6	2,1	1011,1	2,2
UME CRM 2270 (Zn)	998,4	3,6	1010,3	3,6

Tablo 10. Belirsizlik Bileşenlerinin Toplam Belirsizliğe Katkısı

Malzeme	u_{char} (%)	u_{bb} (%)	u_{lts} (%)	u_{sts} (%)
UME CRM 2203 (As)	39,7	7,3	49,7	3,2
UME CRM 2211 (Cd)	36,6	7,5	48,9	7,0
UME CRM 2213 (Co)	35,1	20,2	43,4	1,3
UME CRM 2270 (Zn)	22,0	22,0	25,9	30,1

BİLGİLENDİRME AMAÇLI DEĞER

Malzemelere ait yoğunluk ölçümleri 3 farklı üniteden 3 paralel ölçüm ile TÜBİTAK UME Hacim, Yoğunluk ve Viskozite Laboratuvarında yapılmıştır. Bu veriler bilgilendirme amaçlı olarak Tablo 11'de verilmektedir.

Tablo 11. Bilgilendirme Amaçlı Verilen Yoğunluk Değerleri (20 °C)

Malzeme	Değer (kg/m ³)	U (kg/m ³) (k = 2)
UME CRM 2203 (As)	1012,028	0,044
UME CRM 2211 (Cd)	1010,966	0,044
UME CRM 2213 (Co)	1012,475	0,044
UME CRM 2270 (Zn)	1011,855	0,044

İZLENEBİLİRLİK

Bu çalışmada homojenlik ve kararlılık deneyleri dâhil tüm sertifikalandırma deneylerinde geçerli kılınmış metotlar kullanılmıştır. Referans malzemenin hazırlanması ve ölçümlerinde örnekler gravimetrik olarak hazırlanmıştır. Tartımlar, ulusal ölçüm standartlarına izlenebilir teraziler kullanılarak yapılmış olup, kullanılan terazilerin kontrolü, uygun kütle seti ağırlıkları ile gerçekleştirilmiştir. Kullanılan terazi ve kütle seti ağırlıkları, Uluslararası Birimler Sistemi'nde (SI) tanımlanmış birimleri gerçekleştiren ulusal ölçüm standartlarına izlenebilirdir. Sertifikalı referans malzemenin hazırlanmasında ve karakterizasyon, homojenlik, kararlılık çalışmalarında, TÜBİTAK UME tarafından saflığı belirlenen Primer Standartlar (PS) kullanılarak SI izlenebilirliği sağlanmıştır. Sertifikalandırma çalışmalarında izlenebilirlik amacıyla kullanılan Primer Standartlar Tablo 2'de verilmiştir.

KULLANIM TALİMATI

Kullanım Amacı

Bu malzemelerin ilgili elementlerin tayininde kalibrasyon standardı olarak kullanılması amaçlanmıştır. Bu malzemeler, Endüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometrisi (ICP-OES), Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometrisi (ICP-MS), Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi (AAS), Mikrodalga Plazma Atom Emisyon Spektrometrisi (MP-AES) ve diğer element analizi tekniklerinde kalibrasyon için kullanılabilir.

Saklama Koşulları

Tüm malzemeler kullanım öncesi ve sonrasında (21 ± 3) °C'de saklanmalıdır. TÜBİTAK UME, malzemelerle ilgili bildirdiği saklama koşulları ve kullanım talimatına uyulmaması nedeniyle malzemede meydana gelebilecek değişikliklerden sorumlu tutulamaz.

Transfer Koşulları

Malzemeler, sıcaklığın +45 °C ve nakliye süresinin 2 haftayı geçmemesi koşuluyla ek soğutma önlemleri alınmadan taşınabilir.

Sayfa 16 / 23	TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ	UME CRM 2200 Serisi
---------------	---	--------------------------------------

Güvenlik Uyarıları

Malzemeler yalnızca laboratuvar kullanımı için üretilmiştir. Malzemenin saklanması ve kullanımı sırasında genel laboratuvar önlemleri uygulanmalıdır. Malzemenin mevcut olan güvenlik kurallarına göre kullanımı ve imhası tavsiye edilir. Malzeme kullanılmadan önce Güvenlik Bilgi Formu (GBF) dikkatlice okunmalıdır.

Malzemenin Kullanılması

Şişe açılmadan önce çalkalanmalı, açılması ve kullanımı sırasında malzemenin kirlenmesini ve buharlaşmasını önlemeye yönelik tüm önlemler alınmalıdır.

Minimum Örnek Alım Miktarı

Minimum örnek alım miktarı, son kullanıcı tarafından ölçüm yeteneğine göre, hazırlayacağı çalışma çözeltisinin belirsizliğine etkisi de göz önünde bulundurularak belirlenmelidir.

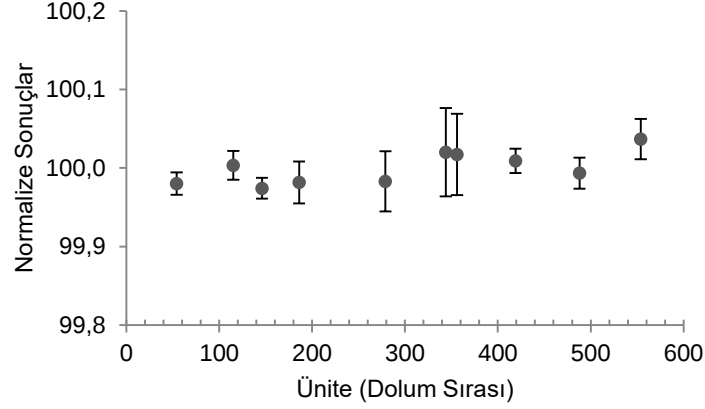
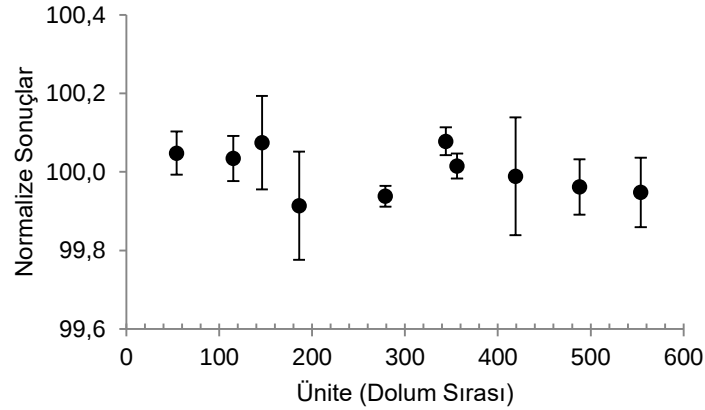
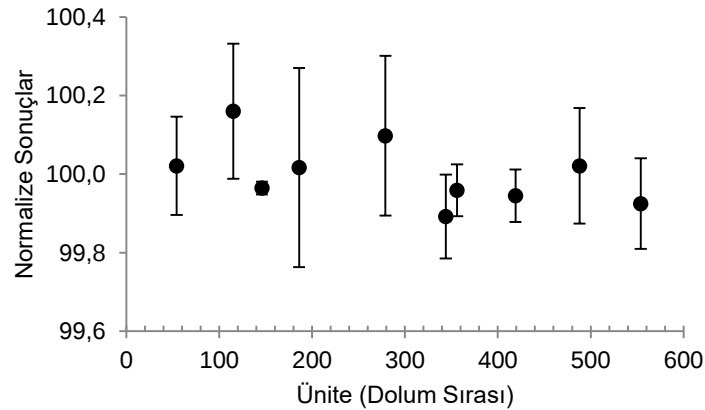
KAYNAKLAR

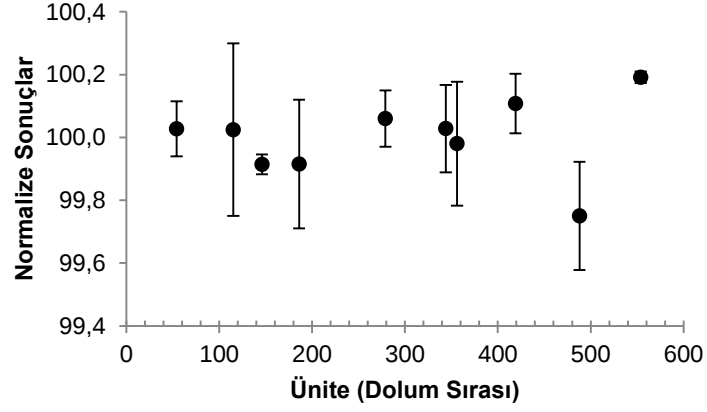
- [1] ISO 17034:2016, General requirements for the competence of reference material producers
- [2] ISO 33405:2024, Reference materials — Approaches for characterization and assessment of homogeneity and stability
- [3] TS EN ISO/IEC 17025:2017 Deney ve kalibrasyon laboratuvarlarının yetkinliği için genel gereklilikler
- [4] JCGM 100:2008 Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement
- [5] VIM (2012) – International Vocabulary of Metrology – Basic and General Concepts and Associated Terms
- [6] Eurachem/CITAC Guide (2012), Traceability in Chemical Measurement: A Guide to Achieving Comparable Results in Chemical Measurement
- [7] NIST (National Institute of Standards and Technology) – Certified Reference Materials and Measurement Traceability
- [8] M.L. Salit, G.C. Turk, A.P. Lindstrom, T.A. Butler, C.M. Beck, B. Norman, Single element solution comparisons with a high-performance inductively coupled plasma optical emission spectrometric method. Anal Chem. 73(20) 2001 4821 - 4829
- [9] M. Tunc, C. Paredes, F.G. Coskun, J. Serna, M. Caner, Comparison of Different Characterization Approaches for Monoelemental Calibration Solutions at Two National Metrology Institutes, Anal Bioanal Chem, 417:12 (2025) : 2603-2616
- [10] T. P. J. Linsinger, J. Pauwels, A. M. H. Van der Veen, H. Schimmel, A. Lamberty, Homogeneity and stability of reference materials, Accred. Qual. Assur. 6 (2001) 20 - 25
- [11] 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 (2001) 183-188
- [12] M. S. Levenson, D. L. Banks, K. R. Eberhardt, L. M. Gill, W. F. Guthrie, H. K. Liu, M. G. Vangel, J. H. Yen, and N. F. Zhang, An Approach to Combining Results From Multiple Methods Motivated by the ISO GUM, Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, Volume 105, Number 4, July–August 2000 Method in page 577: Between-Method Uncertainty

Sayfa 17 / 23	TÜBİTAK ULUSAL METROLOJİ ENSTİTÜSÜ	UME CRM 2200 Serisi
---------------	---	--------------------------------------

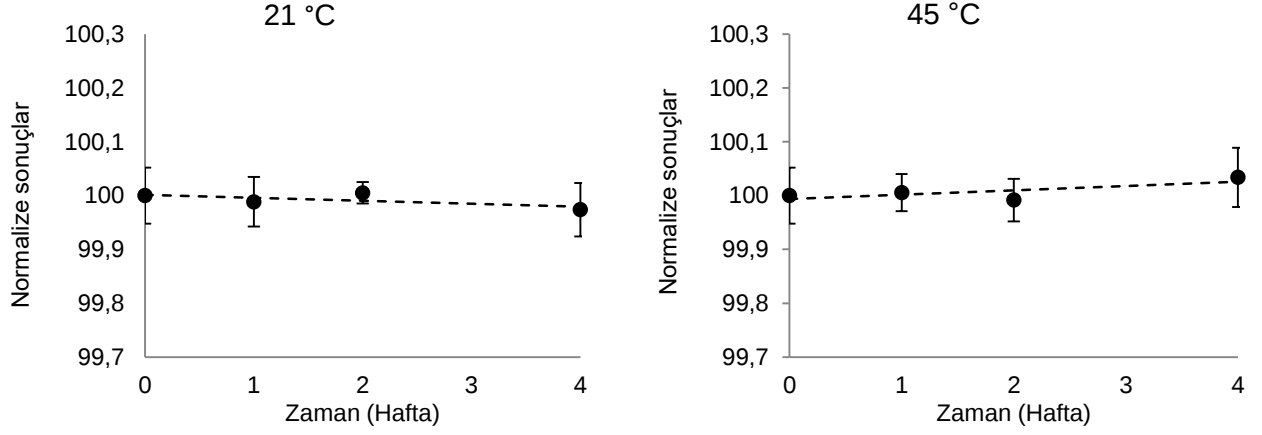
REVİZYON TARİHÇESİ

Tarih	Açıklama
02.12.2025	İlk Yayın

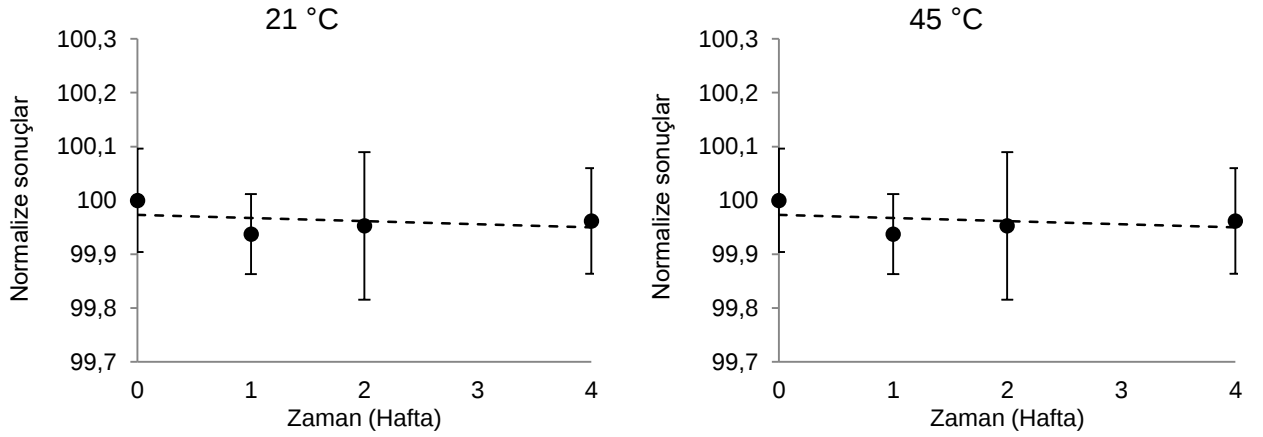
EKLER**Ek 1. Homojenlik Çalışması Grafikleri****Şekil A1.1. UME CRM 2203 (As) Homojenlik Grafiği****Şekil A1.2. UME CRM 2211 (Cd) Homojenlik Grafiği****Şekil A1.3. UME CRM 2213 (Co) Homojenlik Grafiği**

**Şekil A1.4.** UME CRM 2270 (Zn) Homojenlik Grafiği

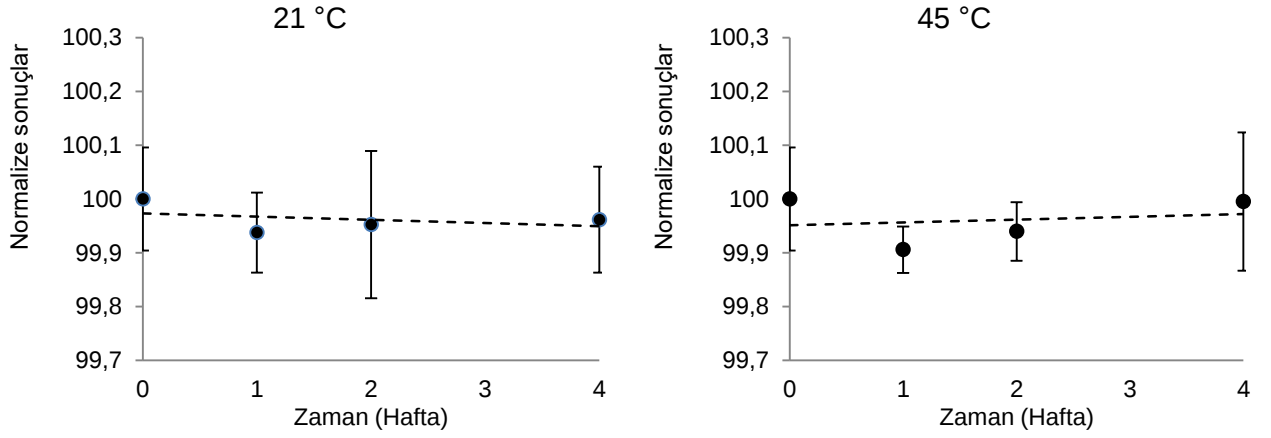
Ek 2. Kısa Dönem Kararlılık Çalışması Grafikleri



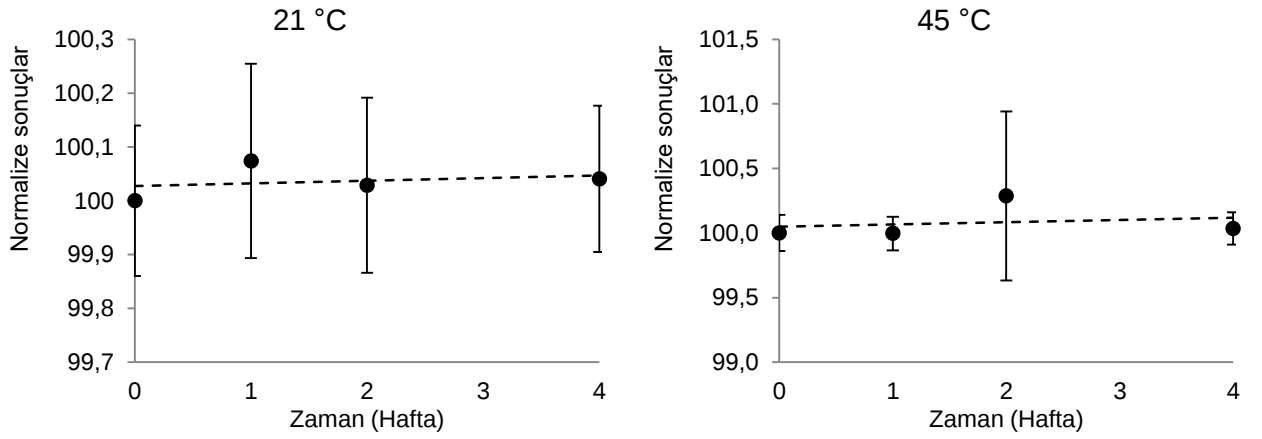
Şekil A2.1. UME CRM 2203 (As) için +21 °C ve +45 °C Sıcaklıklarda KDK Grafikleri



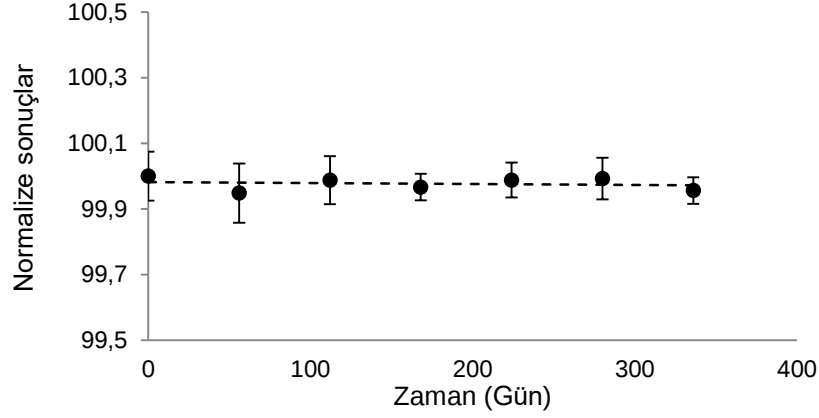
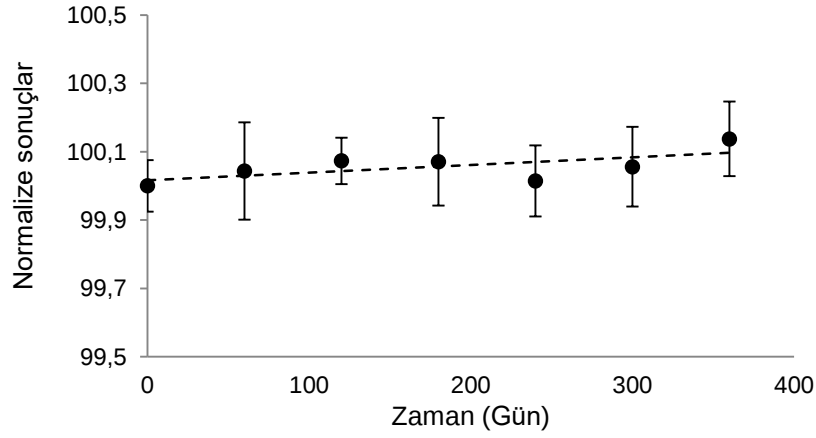
Şekil A2.2. UME CRM 2211 (Cd) için +21 °C ve +45 °C Sıcaklıklarda KDK Grafikleri

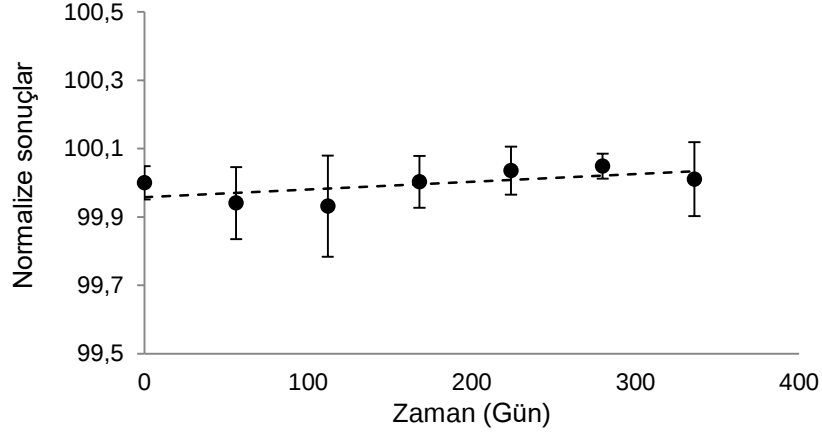
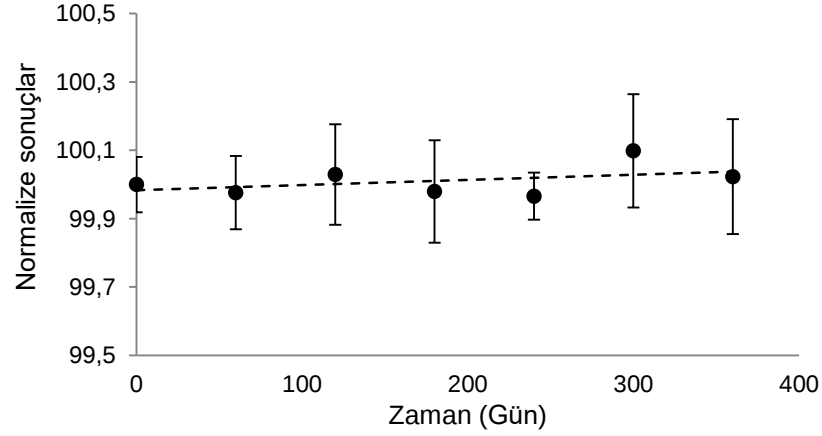


Şekil A2.3. UME CRM 2213 (Co) için +21 °C ve +45 °C Sıcaklıklarda KDK Grafikleri



Şekil A2.4. UME CRM 2270 (Zn) için +21 °C ve +45 °C Sıcaklıklarda KDK Grafikleri

Ek 3. Uzun Dönem Kararlılık Çalışması Grafikleri**Şekil A3.1.** UME CRM 2203 (As) için +21 °C Sıcaklıkta UDK Grafiği**Şekil A3.2.** UME CRM 2211 (Cd) için +21 °C Sıcaklıkta UDK Grafiği

**Şekil A3.3.** UME CRM 2213 (Co) için +21 °C Sıcaklıkta UDK Grafiği**Şekil A3.4.** UME CRM 2270 (Zn) için +21 °C Sıcaklıkta UDK Grafiği