**Konu 14:**

**Kalibrasyon, Duyarlık, Gözlenebilme Sınırı, Kontrol Kartları, Validasyon**

Kalibrasyon, analit derişimi ile analitle ilgili ölçülen sinyal arasındaki ilişkiyi bulma işlemine denir. Yapılan ölçümlerde uygulanan hemen hemen bütün yöntemlerde kimyasal standartlar kullanılarak bir kalibrasyon işlemi gerekir. Kalibrasyon bilinen analit konsantrasyonuna karşı ölçülen fiziksel büyüklük (absorpsiyon, iletkenlik, potansiyel, akım şiddeti, pik alanı gibi) arasındaki ilişkinin lineerliğinden veya lineerliğe dönüştürülmesinden faydalanarak yapılır. Ancak kulometrik yöntemler, gravimetri, titrimetri gibi bazı analitik yöntemler için kalibrasyon işlemi gerekmeyebilir.

İç standart yönteminde numuneye, tanık çözeltisine, standartlara bilinen miktarlarda referans türü içeren çözeltiler ilave edilerek yapılır. Analit sinyalinin kullanılması yerine referans türün sinyali analit sinyaline oranı kullanılır.

Numune bileşenlerinde bozucu etki gösterecek bir tür yoksa dış standartlar kullanılır. Dış standart, numuneden ayrı olarak hazırlanan bilinen konsantrasyonlarda analit içeren bir seri çözeltilerdir.

**Kalibrasyon Duyarlılığı ve Gözlenebilme Sınırı**

 **Kalibrasyon duyarlılığı:** Birim miktarındaki değişimin sinyal şiddetindeki değişime oranına denir. Kısaca kalibrasyon grafiğinin eğimidir.

**Analitik duyarlılık:** Kalibrasyon grafiği eğiminin sabit derişim için analitin ( bazen tanık deney çözeltileri de kullanılır) sinyal şiddetinin standart sapmasına oranıdır.

**Gözlenebilme sınırı:** Analit tayini için uygulanabilir bütün yöntemlerin bir gözlenebilme sınırı vardır. O yöntem uygulanarak tespit edilebilen en düşük derişimdir. Kalibrasyon grafiğinin eğimi m, tanık deney çözeltisinden okunan sinyallerin standart sapması sb ve belirli bir güven seviyesi için kullanılan bir k katsayısı 2 veya 3 alınarak aşağıda verilen eşitlikten hesaplanır:

 DL=$\frac{k x s\_{b}}{m}$

**Doğrusal çalışma aralığı:** Kalibrasyon grafiği ile belirlenebilen tayin edilebilen aralıktır. Bu aralığın en düşük konsantrasyon değeri gözlenebilme sınırı olarak kabul edilir. Üst sınır ise kalibrasyon grafiğinin doğrusallıktan % 5’lik bir sapma gösterdiği konsantrasyon olarak ifade edilir.

**Kontrol kartları:** Geçen süreye bağlı olarak oluşturulan konsantrasyondaki değişim grafikleridir. Bu grafiklerin alt kontrol sınırı ve üst kontrol sınırları vardır elde edilen değerler bu aralıkta bulunduğunda problem yok anlamına gelir. Bu sınırların dışına çıkmaya başladığında ise bu bir hata göstergesi olarak kabul edilir.

 ÜKS=$ μ+ \frac{3σ}{\sqrt{N}}$

 AKS=$ μ- \frac{3σ}{\sqrt{N}}$

**Validasyon:** Yapılan analizin istenilen seviyede olup olmadığını belirleme işlemidir. Teyit etme doğrulama anlamında kullanılır.