

Analiza rezultata mjerenja sukladno normi ISO 5725:1994

Grdenić, Ivan

Master's thesis / Diplomski rad

2011

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:363432>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-17**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

D I P L O M S K I R A D

Ivan Grdenić

Zagreb, 2011.

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

DIPLOMSKI RAD

Voditelj rada:

Prof.dr.sc. Biserka Runje

Ivan Grdenić

Zagreb, 2011.

Izjava

Izjavljujem da sam diplomski rad na temu "Analiza rezultata mjerenja sukladno normi ISO 5725:1994" izradio samostalno, koristeći navedenu literaturu i znanje stečeno tijekom dosadašnjeg studija.

Zahvala

Zahvaljujem se svojoj mentorici, prof.dr.sc. Biserki Runje na stručnim savjetima i ustupljenoj literaturi, koja mi je uvelike pomogla pri pisanju rada. Također se zahvaljujem svojoj obitelji i prijateljima koji su mi bili podrška tokom studija.

SAŽETAK

Tema ovog rada je "Analiza rezultata mjerenja sukladno normi ISO 5725:1994". U skladu s teorijom usporedbenih mjerenja, a sve u skladu s navedenom normom, razrađene su statističke metode. U radu su opisane i razrađene numeričke i grafičke metode pomoću kojih možemo analizirati rezultate mjerenja. Odgovarajućom primjenom metoda opisano je kako donijeti odluku da li su rezultati mjerenja točni i precizni, da li su rezultati mjerenja ponovljivi i obnovljivi te postojanost rezultata mjerenja tokom vremenskog razdoblja.

Svaka metoda je najprije općenito opisana, da bi se kasnije kroz primjere pokazalo kako se pojedine metode primjenjuju. Radi boljeg razumijevanja metoda opisanih u radu objašnjeni su neki osnovni mjeriteljski pojmovi, definicije i izrazi koji su u skladu prema navedenoj normi.

Statističke metode navedene u radu su primijenjene na stvarnim podacima iz prakse te se tako na najbolji mogući način pokazala učinkovita primjena metoda.

SADRŽAJ

| | |
|---|----|
| 1. Uvod..... | 1 |
| 2. Osnovni mjeriteljski pojmovi | 2 |
| 3. Metode koje se koriste u analizi rezultata mjerenja | 4 |
| 3.1. Grafička metoda utvrđivanja grubih pogrešaka | 5 |
| 3.1.1. Mandelin <i>k</i> -test..... | 5 |
| 3.1.2. Mandelin <i>h</i> -test | 7 |
| 3.2. Numeričke metode | 8 |
| 3.2.1. Cochranov test..... | 8 |
| 3.2.1.1. Primjer 1..... | 11 |
| 3.2.2. Grubbsov test..... | 14 |
| 3.2.2.1. Jedno najveće promatranje | 15 |
| 3.2.2.2. Dvostruko najveće promatranje | 18 |
| 3.2.2.3. Primjer 2..... | 20 |
| 3.2.2.4. Primjer 3..... | 27 |
| 3.3. Analiza odstupanja (ANOVA)..... | 38 |
| 3.3.1. Simetrični faktorski model..... | 38 |
| 3.3.1.1. Simetrični 3-faktorski model | 38 |
| 3.3.1.2. Simetrični 4-faktorski model | 41 |
| 3.3.2. Stepenasti faktorski model | 45 |
| 3.3.2.1. Stepenasti 3-faktorski model..... | 45 |
| 4. Usporedba rezultata mjerenja | 49 |
| 4.1. Usporedba rezultata mjerenja unutar laboratorija..... | 49 |
| 4.2. Usporedba rezultata mjerenja između laboratorija | 50 |
| 4.3. Usporedba rezultata mjerenja jednog laboratorija s referentnom vrijednosti ... | 51 |
| 4.4. Usporedba rezultata mjerenja više laboratorija s referentnom vrijednosti | 52 |
| 4.5. Primjer 4..... | 53 |
| 5. Stabilnost rezultata tijekom vremenskog razdoblja..... | 58 |
| 5.1. Primjer 5..... | 59 |
| 5.2. Primjer 6..... | 62 |
| 5.3. Primjer 7..... | 67 |
| 5.4. Primjer 8..... | 75 |
| 6. Zaključak..... | 87 |
| Literatura | 88 |

POPIS OZNAKA

| | |
|------------|---|
| s_{ij} | - standardno odstupanje unutar laboratorija |
| s_r | - standardno odstupanje ponovljivosti |
| s_R | - standardno odstupanje obnovljivosti |
| k | - Mandelin koeficijent unutar laboratorija |
| h | - Mandelin koeficijent između laboratorija |
| \bar{y} | - aritmetička sredina |
| C | - Cochranova statistička vrijednost |
| s_{Lj}^2 | - između-laboratorijsko standardno odstupanje |
| s_r^2 | - varijanca ponovljivosti |
| s_R^2 | - varijanca obnovljivosti |
| G | - Grubbsova statistička vrijednost |
| h | - Mandelina statistička vrijednost za h -test |
| k | - Mandelina statistička vrijednost za k -test |
| SST | - zbroj kvadrata odstupanja |
| SSO | - zbroj kvadrata odstupanja između laboratorija |
| $SS1$ | - zbroj kvadrata odstupanja unutar laboratorija |
| SSe | - zbroj kvadrata odstupanja pojedinog mjerenja u uvjetima ponovljivosti |
| $C_r D_r$ | - kritične razlike ponovljivosti |
| $C_R D_R$ | - kritične razlike obnovljivosti |
| r | - granica ponovljivosti |
| R | - granica obnovljivosti |
| μ | - prihvaćena vrijednost |
| w | - raspon rezultata testa |
| RM | - referentni materijal |

POPIS SLIKA

| | |
|--|----|
| Slika 1. Simetrični 3-faktorski model..... | 38 |
| Slika 2. Simetrični 4-faktorski model..... | 42 |
| Slika 3. Stepenasti 3-faktorski model | 45 |
| Slika 4. Udio nikla (%) u vlastitom referentnom materijalu..... | 61 |
| Slika 5. Stewhart kontrolni dijagram i karta s pokretnim rasponom za δ | 65 |
| Slika 6. Kontrolni dijagram ukupne sume za δ za udio pepela u vlastitom <i>RM</i> | 67 |
| Slika 7. Prikaz razdiobe mjernih rezultata..... | 72 |
| Slika 8. Grafički prikaz Mandelinog <i>k</i> -testa..... | 82 |
| Slika 9. Grafički prikaz Mandelinog <i>h</i> -testa | 84 |

POPIS TABLICA

| | |
|--|----|
| Tablica 1. Matrični model..... | 4 |
| Tablica 2. Pokazatelji za Mandelinu h i k statistiku na razini značajnosti od 5 % | 6 |
| Tablica 3. Pokazatelji za Mandelinu h i k statistiku na razini značajnosti od 1 % | 7 |
| Tablica 4. Kritične vrijednosti za Cochranov test..... | 10 |
| Tablica 5. Rezultati mjerenja..... | 11 |
| Tablica 6. Udio sumpora u ugljenu (srednja vrijednost) | 12 |
| Tablica 7. Udio sumpora u ugljenu (standarno odstupanje) | 12 |
| Tablica 8. Statističke vrijednosti za Cochranov test | 13 |
| Tablica 9. Kritične vrijednosti za Grubbsov test..... | 17 |
| Tablica 10. Primjena Grubbsovog testa na srednje vrijednosti | 20 |
| Tablica 11. Izračunate vrijednosti m_j , sr_j i sR_j | 24 |
| Tablica 12. Originalni podaci: točka omekšanja smole (°C) | 27 |
| Tablica 13. Srednje vrijednosti : Točka omekšanja smole (°C)..... | 28 |
| Tablica 14. Vrijednosti standardnih odstupanja | 29 |
| Tablica 15. Vrijednosti Cochranove statistike C | 30 |
| Tablica 16. Primjena Grubbsovog testa na srednje vrijednosti | 31 |
| Tablica 17. Izračunate vrijednosti m_j , sr_j i sR_j | 35 |
| Tablica 18. ANOVA tablica za simetrični 3-faktorski model..... | 41 |
| Tablica 19. ANOVA tablica za simetrični 3-faktorski model..... | 45 |
| Tablica 20. ANOVA tablica za simetrični 3-faktorski model..... | 48 |
| Tablica 21. Rezultati mjerenja debljine stijenke | 53 |
| Tablica 22. Tablica kvantila Studentove t-razdiobe..... | 56 |
| Tablica 23. Podaci za kontrolnu kartu | 59 |
| Tablica 24. Faktori za izračun raspona dijagrama..... | 60 |
| Tablica 25. Podaci za kontrolnu kartu | 62 |
| Tablica 26. Rezultati mjerenja debljine prevlake | 68 |
| Tablica 27. Rezultati mjerenja | 68 |
| Tablica 28. Rezultati Grubbsovog testa | 70 |
| Tablica 29. Rezultati Grubbsovog testa | 70 |
| Tablica 30. Originalni rezultati mjerenja 11 laboratorija..... | 75 |
| Tablica 31. Srednja vrijednost rezultata mjerenja..... | 76 |
| Tablica 32. Izračunate vrijednosti standardnih odstupanja | 76 |
| Tablica 33. Izračunate Cochranove vrijednosti | 77 |
| Tablica 34. Izračunate Grubbsove vrijednosti | 78 |
| Tablica 35. Izračunate Grubbsove vrijednosti | 79 |
| Tablica 36. Izračunate Grubbsove vrijednosti | 80 |
| Tablica 37. Izračunate Grubbsove vrijednosti | 81 |
| Tablica 38. Rezultati Mandeline k vrijednosti za sve laboratorije..... | 82 |
| Tablica 39. Rezultati Mandeline h vrijednosti za sve laboratorije..... | 83 |
| Tablica 40. Izračunati rezultati obnovljivosti i ponovljivosti | 86 |

1. Uvod

Vrlo često se dogodi situacija u praksi da su od strane jednog i/ili više mjeritelja odnosno laboratorija izmjereni podaci, ali se javlja problem što učiniti s takvim dobivenim podacima, kako te podatke obraditi, analizirati, usporediti te kako na posljepku donijeti valjani zaključak. Upravo iz razloga što je najveći problem kako podatke analizirati i usporediti u radu su opisane i objašnjene numeričke i grafičke metode koje će pomoći da se izmjereni podaci interpretiraju na odgovarajući način. Postupci i metode koje su objašnjene u radu u skladu su s normom ISO 5725:1994(E) te je kroz praktične primjere pokazano kako primijeniti opisane metode na stvarnim podacima.

Osnovna svrha opisanih metoda je da se kroz statističke postupke procijene, točnost i preciznost rezultata mjerenja, da li su rezultati mjerenja ponovljivi i obnovljivi te da li su izmjereni podaci stabilni tokom vremenskog razdoblja. Važno je napomenuti da se analize mogu primijeniti na rezultate mjerenja unutar laboratorija i između laboratorija pa stoga razlikujemo unutar-laboratorijska i među-laboratorijska mjerenja.

2. Osnovni mjeriteljski pojmovi

Kako bi se opisane metode u radu mogle što bolje razumjeti, potrebno je objasniti neke osnovne mjeriteljske pojmove, definicije i izraze prema normi ISO 5725:1994(E).

Mjerna ponovljivost – bliskost slaganja međusobno neovisnih rezultata uzastopnih mjerenja iste veličine dobivenih u uvjetima ponovljivosti mjerenja. Uvjeti ponovljivosti su uvjeti pri kojima su međusobno neovisni rezultati ispitivanja dobiveni uz:

- primjenu iste mjerne metode,
- istog mjeritelja,
- istog mjernog uređaja ili opreme,
- isto mjesto,
- isti mjerni objekt,
- iste okolišne uvjete,
- ponavljanje u kratkom vremenskom razdoblju,
- nepromjenjivost objekta mjerenja tijekom ispitivanja.

Mjerna vrijednost ponovljivosti r je vrijednost unutar koje se može očekivati da leži razlika između dvaju pojedinačnih rezultata mjerenja dobivena uz uvjete ponovljivosti, uz vjerojatnost od 95 %.

Kritična razlika ponovljivosti $C_r D_r$ je vrijednost unutar koje se može očekivati da leži razlika dvaju pojedinačnih rezultata ispitivanja dobivena uz uvjete ponovljivost sa specificiranom vjerojatnosti.

Mjerna obnovljivost je bliskost slaganja rezultata mjerenja iste veličine dobivenih u uvjetima obnovljivosti. Uvjeti obnovljivosti su uvjeti pri kojima su rezultati ispitivanja dobiveni istom metodom na istom objektu, ali uz različite okolnosti ispitivanja, kao što su:

- različiti mjeritelji,
- različiti mjerni instrumenti i oprema,
- različiti, ali za vrijeme mjerenja stalni okolišni uvjeti i mjesta mjerenja.

Mjerna vrijednost obnovljivosti R je vrijednost unutar koje se može očekivati da leži apsolutna razlika između dvaju rezultata mjerenja, dobivena uz uvjete obnovljivosti, uz vjerojatnost 95 %.

Kritična razlika obnovljivosti C_{rD_R} je vrijednost unutar koje se može očekivati da leži apsolutna razlika između dvaju rezultata ispitivanja, dobivena uz uvjete obnovljivosti sa specificiranom vjerojatnosti.

Posebna primjena mjerne ponovljivosti i obnovljivosti je u usporedbenim mjerenjima između laboratorija, kako bi se usporedila preciznost i točnost rezultata mjerenja.

3. Metode koje se koriste u analizi rezultata mjerenja

Postoji veliki broj metoda pomoću kojih se analiziraju rezultati mjerenja u laboratoriju i/ili između laboratorija. U nastavku je opisano nekoliko metoda koje su dodatno objašnjene kroz primjere. Općenito se metode mogu podijeliti na grafičke i numeričke te svaka od njih ima svoje prednosti i nedostatke. U tablici broj 1. prikazan je matricni model mjernih nizova koji se provode na isti način unutar laboratorija i između laboratorija.

Tablica 1. Matricni model

| br. mjer. j | 1 | 2 | ...i... | $m-1$ | m |
|---------------|--------------|--------------|----------------------|------------------|--------------|
| 1 | X_{11} | X_{21} | X_{i1} | $X_{(m-1)1}$ | X_{m1} |
| 2 | X_{21} | X_{22} | X_{i2} | $X_{(m-1)2}$ | X_{m2} |
| · | · | · | · | · | · |
| · | · | · | · | · | · |
| · | · | · | · | · | · |
| j | X_{1j} | X_{2j} | X_{ij} | $X_{(m-1)j}$ | X_{mj} |
| · | · | · | · | · | · |
| $n-1$ | $X_{1(n-1)}$ | $X_{2(n-1)}$ | ... $X_{i(n-1)}$... | $X_{(m-1)(n-1)}$ | $X_{m(n-1)}$ |
| n | X_{1n} | X_{2n} | ... X_{in} ... | $X_{(m-1)n}$ | X_{mn} |
| \bar{x} | | | | | |
| s_i | | | | | |

3.1. Grafička metoda utvrđivanja grubih pogrešaka

Pomoću ove metode se pronalaze grube pogreške u mjernom nizu. Najveća joj je prednost što se dobiveni rezultati mogu prikazati grafički.

3.1.1. Mandelin k -test

Ovaj test je namijenjen za one prilike kada se želi ispitati statistička dosljednost rezultata k unutar pojedinog laboratorija i to na način da se uspoređuje standardno odstupanje laboratorija sa standardnim odstupanjem ponovljivosti.

U prvom koraku se računaju unutar-laboratorijsko standardno odstupanje i standardno odstupanje ponovljivosti prema izrazima:

$$s_{ij} = \sqrt{\frac{1}{n_{ij} - 1} \sum_{k=1}^{n_{ij}} (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2} \quad (1.1)$$

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p s_i^2}{p_i}} \quad (1.2)$$

U sljedećem koraku je izračunat Mandelin koeficijent k za svaki laboratorij unutar svake razine mjerenja prema izrazu:

$$k_{ij} = \frac{s_{ij} \sqrt{p_j}}{\sqrt{\sum s_{ij}^2}} = \frac{s_{ij}}{s_r} \quad (1.3)$$

Nakon toga se u tablici 2. ili tablici 3. (ovisno o tome koja se razina značajnosti želi) pronađe Mandelin koeficijent k , koji je zatim uspoređen s računski dobivenim Mandelinim koeficijentom k . Primjer, kako se Mandelin k -test prikazuje grafički, se vidi na slici 8.

Tablica 2. Pokazatelji za Mandelinu h i k statistiku na razini značajnosti od 5 % [1]

| p | h | k | | | | | | | | |
|-----|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | n | | | | | | | | |
| | | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 3 | 1,15 | 1,65 | 1,53 | 1,45 | 1,40 | 1,37 | 1,34 | 1,32 | 1,30 | 1,29 |
| 4 | 1,42 | 1,76 | 1,59 | 1,50 | 1,44 | 1,40 | 1,37 | 1,35 | 1,33 | 1,31 |
| 5 | 1,57 | 1,81 | 1,62 | 1,53 | 1,46 | 1,42 | 1,39 | 1,36 | 1,34 | 1,32 |
| 6 | 1,66 | 1,85 | 1,64 | 1,54 | 1,48 | 1,43 | 1,40 | 1,37 | 1,35 | 1,33 |
| 7 | 1,71 | 1,87 | 1,66 | 1,55 | 1,49 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 | 1,34 |
| 8 | 1,75 | 1,88 | 1,67 | 1,56 | 1,50 | 1,45 | 1,41 | 1,38 | 1,36 | 1,34 |
| 9 | 1,78 | 1,90 | 1,68 | 1,57 | 1,50 | 1,45 | 1,42 | 1,39 | 1,36 | 1,34 |
| 10 | 1,80 | 1,90 | 1,68 | 1,57 | 1,50 | 1,46 | 1,42 | 1,39 | 1,37 | 1,35 |
| 11 | 1,82 | 1,91 | 1,69 | 1,58 | 1,50 | 1,46 | 1,42 | 1,40 | 1,37 | 1,35 |
| 12 | 1,83 | 1,92 | 1,69 | 1,58 | 1,51 | 1,46 | 1,42 | 1,40 | 1,37 | 1,35 |
| 13 | 1,84 | 1,92 | 1,69 | 1,58 | 1,51 | 1,46 | 1,43 | 1,40 | 1,37 | 1,35 |
| 14 | 1,85 | 1,92 | 1,70 | 1,59 | 1,51 | 1,47 | 1,43 | 1,40 | 1,37 | 1,35 |
| 15 | 1,86 | 1,93 | 1,70 | 1,59 | 1,52 | 1,47 | 1,43 | 1,40 | 1,38 | 1,36 |
| 16 | 1,86 | 1,93 | 1,70 | 1,59 | 1,52 | 1,47 | 1,43 | 1,40 | 1,38 | 1,36 |
| 17 | 1,87 | 1,93 | 1,70 | 1,59 | 1,52 | 1,47 | 1,43 | 1,40 | 1,38 | 1,36 |
| 18 | 1,88 | 1,93 | 1,71 | 1,59 | 1,52 | 1,47 | 1,43 | 1,40 | 1,38 | 1,36 |
| 19 | 1,88 | 1,93 | 1,71 | 1,59 | 1,52 | 1,47 | 1,43 | 1,40 | 1,38 | 1,36 |
| 20 | 1,89 | 1,94 | 1,71 | 1,59 | 1,52 | 1,47 | 1,43 | 1,40 | 1,38 | 1,36 |
| 21 | 1,89 | 1,94 | 1,71 | 1,60 | 1,52 | 1,47 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 |
| 22 | 1,89 | 1,94 | 1,71 | 1,60 | 1,52 | 1,47 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 |
| 23 | 1,90 | 1,94 | 1,71 | 1,60 | 1,53 | 1,48 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 |
| 24 | 1,90 | 1,94 | 1,71 | 1,60 | 1,53 | 1,48 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 |
| 25 | 1,90 | 1,94 | 1,71 | 1,60 | 1,53 | 1,48 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 |
| 26 | 1,90 | 1,94 | 1,71 | 1,60 | 1,53 | 1,48 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 |
| 27 | 1,91 | 1,94 | 1,71 | 1,60 | 1,53 | 1,48 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 |
| 28 | 1,91 | 1,94 | 1,71 | 1,60 | 1,53 | 1,48 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 |
| 29 | 1,91 | 1,94 | 1,72 | 1,60 | 1,53 | 1,48 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 |
| 30 | 1,91 | 1,94 | 1,72 | 1,60 | 1,53 | 1,48 | 1,44 | 1,41 | 1,38 | 1,36 |

p = broj laboratorija na nekoj razini
 n = broj ponavljanja unutar svakog laboratorija na toj razini

Tablica 3. Pokazatelji za Mandelinu h i k statistiku na razini značajnosti od 1 % [1]

| p | h | k | | | | | | | | |
|-----|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | | n | | | | | | | | |
| | | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 3 | 1,15 | 1,71 | 1,64 | 1,58 | 1,53 | 1,49 | 1,46 | 1,43 | 1,41 | 1,39 |
| 4 | 1,49 | 1,91 | 1,77 | 1,67 | 1,60 | 1,55 | 1,51 | 1,48 | 1,45 | 1,43 |
| 5 | 1,72 | 2,05 | 1,85 | 1,73 | 1,65 | 1,59 | 1,55 | 1,51 | 1,48 | 1,46 |
| 6 | 1,87 | 2,14 | 1,90 | 1,77 | 1,68 | 1,62 | 1,57 | 1,53 | 1,50 | 1,47 |
| 7 | 1,98 | 2,20 | 1,94 | 1,79 | 1,70 | 1,63 | 1,58 | 1,54 | 1,51 | 1,48 |
| 8 | 2,06 | 2,25 | 1,97 | 1,81 | 1,71 | 1,65 | 1,59 | 1,55 | 1,52 | 1,49 |
| 9 | 2,13 | 2,29 | 1,99 | 1,82 | 1,73 | 1,66 | 1,60 | 1,56 | 1,53 | 1,50 |
| 10 | 2,18 | 2,32 | 2,00 | 1,84 | 1,74 | 1,66 | 1,61 | 1,57 | 1,53 | 1,50 |
| 11 | 2,22 | 2,34 | 2,01 | 1,85 | 1,74 | 1,67 | 1,62 | 1,57 | 1,54 | 1,51 |
| 12 | 2,25 | 2,36 | 2,2 | 1,85 | 1,75 | 1,68 | 1,62 | 1,58 | 1,54 | 1,51 |
| 13 | 2,27 | 2,38 | 2,03 | 1,86 | 1,76 | 1,68 | 1,63 | 1,58 | 1,55 | 1,52 |
| 14 | 2,30 | 2,39 | 2,04 | 1,87 | 1,76 | 1,69 | 1,63 | 1,58 | 1,55 | 1,52 |
| 15 | 2,32 | 2,41 | 2,05 | 1,87 | 1,76 | 1,69 | 1,63 | 1,59 | 1,55 | 1,52 |
| 16 | 2,33 | 2,42 | 2,05 | 1,88 | 1,77 | 1,69 | 1,63 | 1,59 | 1,55 | 1,52 |
| 17 | 2,35 | 2,44 | 2,06 | 1,88 | 1,77 | 1,69 | 1,64 | 1,59 | 1,55 | 1,52 |
| 18 | 2,36 | 2,44 | 2,06 | 1,88 | 1,77 | 1,70 | 1,64 | 1,59 | 1,56 | 1,52 |
| 19 | 2,37 | 2,44 | 2,07 | 1,89 | 1,78 | 1,70 | 1,64 | 1,59 | 1,56 | 1,53 |
| 20 | 2,39 | 2,45 | 2,07 | 1,89 | 1,78 | 1,70 | 1,64 | 1,60 | 1,56 | 1,53 |
| 21 | 2,39 | 2,46 | 2,07 | 1,89 | 1,78 | 1,70 | 1,64 | 1,60 | 1,56 | 1,53 |
| 22 | 2,40 | 2,46 | 2,08 | 1,90 | 1,78 | 1,70 | 1,65 | 1,60 | 1,56 | 1,53 |
| 23 | 2,41 | 2,47 | 2,08 | 1,90 | 1,78 | 1,71 | 1,65 | 1,60 | 1,56 | 1,53 |
| 24 | 2,42 | 2,47 | 2,08 | 1,90 | 1,79 | 1,71 | 1,65 | 1,60 | 1,56 | 1,53 |
| 25 | 2,42 | 2,47 | 2,08 | 1,90 | 1,79 | 1,71 | 1,65 | 1,60 | 1,56 | 1,53 |
| 26 | 2,43 | 2,48 | 2,09 | 1,90 | 1,79 | 1,71 | 1,65 | 1,60 | 1,56 | 1,53 |
| 27 | 2,44 | 2,48 | 2,09 | 1,90 | 1,79 | 1,71 | 1,65 | 1,60 | 1,56 | 1,53 |
| 28 | 2,44 | 2,49 | 2,09 | 1,91 | 1,79 | 1,71 | 1,65 | 1,60 | 1,57 | 1,53 |
| 29 | 2,45 | 2,49 | 2,09 | 1,91 | 1,79 | 1,71 | 1,65 | 1,60 | 1,57 | 1,53 |
| 30 | 2,45 | 2,49 | 2,10 | 1,91 | 1,79 | 1,71 | 1,65 | 1,61 | 1,57 | 1,53 |

p = broj laboratorija na nekoj razini
 n = broj ponavljanja unutar svakog laboratorija na toj razini

3.1.2. Mandelin h -test

Ovaj test se primjenjuje kada se želi ispitati statistička dosljednost rezultata h između laboratorija. Mandelin statistički pokazatelj h se izračunava po sljedećem izrazu:

$$h_{ij} = \frac{\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j}{\sqrt{\frac{1}{(p_j - 1)} \sum_{i=1}^{p_i} (\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j)^2}} \quad (1.4)$$

Vrijednosti \bar{y}_{ij} i $\bar{\bar{y}}_j$ se računaju prema sljedećim izrazima:

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{n_{ij}} \sum_{k=1}^{n_{ij}} y_{ijk} \quad (1.5)$$

$$\bar{\bar{y}}_j = \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij} \bar{y}_{ij}}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} \quad (1.6)$$

Nakon toga se u tablici 2. ili tablici 3. (ovisno o tome koja se razina značajnosti želi) pronađe Mandelin koeficijent h , koji je zatim uspoređen s računski dobivenim Mandelinim koeficijentom h . Primjer, kako se Mandelin h -test prikazuje grafički, se vidi na slici 9.

3.2. Numeričke metode

Cochranov i Grubbsov test se koriste onda kada se želi identificirati 'gruba'¹ i/ili 'potencijalna pogreška'². Ovi testovi mogu poslužiti za istraživanje u kojem su statistički grube i/ili potencijalne pogreške objašnjene nekom tehničkom pogreškom (propust u izvođenju mjerenja, greška u računanju, administrativna pogreška u prepisivanju rezultata mjerenja, obrada krivog uzorka).

3.2.1. Cochranov test

Cochranov test služi za ispitivanje unutar-laboratorijskih standardnih odstupanja. Primjenjuje se striktno onda kada su sva standardna odstupanja dobivena iz istog broja n rezultata mjerenja, s time da su rezultati mjerenja dobiveni u uvjetima ponovljivosti. Test uspoređuje najveće standardno odstupanje u odnosu na zbroj svih standardnih odstupanja i naziva se jednostrani test grubih

¹ Potencijalna pogreška (slobodan prijevod engleske riječi straggler)

² Gruba pogreška (slobodan prijevod engleske riječi outlier)

pogrešaka. Vrijednost Cochranove statističke vrijednosti C računa se prema sljedećem izrazu:

$$C = \frac{s^2_{max}}{\sum_{i=1}^p s_i^2} \quad (1.7)$$

U gornjem izrazu s^2_{max} je najveće standardno odstupanje iz grupe standardnih odstupanja svih laboratorija.

Cochranova statistička vrijednost C se uspoređuje s kritičnom vrijednošću C koja se nalazi u tablici 4.

Ako je najveće standardno odstupanje klasificirano kao gruba pogreška, tada se ono izostavlja i Cochranov test se ponavlja na preostalim standardnim odstupanjima.

Za Cochranov test su primjenjeni sljedeći kriteriji:

- ako je statistika testa C manja ili jednaka 5 % kritične vrijednosti, ispitivana vrijednost je korektna,
- ako je statistika testa C veća od 5 % kritične vrijednosti, a manja ili jednaka 1 % kritične vrijednosti, tada se ispitivana vrijednost naziva potencijalna pogreška i označava se jednom zvjezdicom (*),
- ako je statistika testa C veća od 1 % kritične vrijednosti, ispitivana vrijednost se naziva statistički gruba pogreška i označava se sa dvije zvjezdice (**).

Tablica 4. Kritične vrijednosti za Cochranov test [1]

| p | $n = 2$ | | $n = 3$ | | $n = 4$ | | $n = 5$ | | $n = 6$ | |
|-----|---------|-------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|---------|-------|
| | 1% | 5% | 1% | 5% | 1% | 5% | 1% | 5% | 1% | 5% |
| 2 | - | - | 0,995 | 0,975 | 0,979 | 0,939 | 0,959 | 0,906 | 0,937 | 0,877 |
| 3 | 0,993 | 0,967 | 0,942 | 0,871 | 0,883 | 0,798 | 0,834 | 0,746 | 0,793 | 0,707 |
| 4 | 0,968 | 0,906 | 0,864 | 0,768 | 0,781 | 0,684 | 0,721 | 0,629 | 0,676 | 0,590 |
| 5 | 0,928 | 0,841 | 0,788 | 0,684 | 0,696 | 0,598 | 0,633 | 0,544 | 0,588 | 0,506 |
| 6 | 0,883 | 0,781 | 0,722 | 0,616 | 0,626 | 0,532 | 0,564 | 0,480 | 0,520 | 0,445 |
| 7 | 0,838 | 0,727 | 0,664 | 0,561 | 0,568 | 0,480 | 0,508 | 0,431 | 0,466 | 0,397 |
| 8 | 0,794 | 0,680 | 0,615 | 0,516 | 0,521 | 0,438 | 0,463 | 0,391 | 0,423 | 0,360 |
| 9 | 0,754 | 0,638 | 0,573 | 0,478 | 0,481 | 0,403 | 0,425 | 0,358 | 0,387 | 0,329 |
| 10 | 0,718 | 0,602 | 0,536 | 0,445 | 0,447 | 0,373 | 0,393 | 0,331 | 0,357 | 0,303 |
| 11 | 0,684 | 0,570 | 0,504 | 0,417 | 0,418 | 0,348 | 0,366 | 0,308 | 0,332 | 0,281 |
| 12 | 0,653 | 0,541 | 0,475 | 0,392 | 0,392 | 0,326 | 0,343 | 0,288 | 0,310 | 0,262 |
| 13 | 0,624 | 0,515 | 0,450 | 0,371 | 0,369 | 0,307 | 0,322 | 0,271 | 0,291 | 0,243 |
| 14 | 0,599 | 0,492 | 0,427 | 0,352 | 0,349 | 0,291 | 0,304 | 0,255 | 0,274 | 0,232 |
| 15 | 0,575 | 0,471 | 0,407 | 0,335 | 0,332 | 0,276 | 0,288 | 0,242 | 0,259 | 0,220 |
| 16 | 0,553 | 0,452 | 0,388 | 0,319 | 0,316 | 0,262 | 0,274 | 0,230 | 0,246 | 0,208 |
| 17 | 0,532 | 0,434 | 0,372 | 0,305 | 0,301 | 0,250 | 0,261 | 0,219 | 0,234 | 0,198 |
| 18 | 0,514 | 0,418 | 0,356 | 0,293 | 0,288 | 0,240 | 0,249 | 0,209 | 0,223 | 0,189 |
| 19 | 0,496 | 0,403 | 0,343 | 0,281 | 0,276 | 0,230 | 0,238 | 0,200 | 0,214 | 0,181 |
| 20 | 0,480 | 0,389 | 0,330 | 0,270 | 0,265 | 0,220 | 0,229 | 0,192 | 0,205 | 0,174 |
| 21 | 0,465 | 0,377 | 0,318 | 0,261 | 0,255 | 0,212 | 0,220 | 0,185 | 0,197 | 0,167 |
| 22 | 0,450 | 0,365 | 0,307 | 0,252 | 0,246 | 0,204 | 0,212 | 0,178 | 0,189 | 0,160 |
| 23 | 0,437 | 0,354 | 0,297 | 0,243 | 0,238 | 0,197 | 0,204 | 0,172 | 0,182 | 0,155 |
| 24 | 0,425 | 0,343 | 0,287 | 0,235 | 0,230 | 0,191 | 0,197 | 0,166 | 0,176 | 0,149 |
| 25 | 0,413 | 0,334 | 0,278 | 0,228 | 0,222 | 0,185 | 0,190 | 0,160 | 0,170 | 0,144 |
| 26 | 0,402 | 0,325 | 0,270 | 0,221 | 0,215 | 0,179 | 0,184 | 0,155 | 0,164 | 0,140 |
| 27 | 0,391 | 0,316 | 0,262 | 0,215 | 0,209 | 0,173 | 0,179 | 0,150 | 0,159 | 0,135 |
| 28 | 0,382 | 0,308 | 0,255 | 0,209 | 0,202 | 0,168 | 0,173 | 0,146 | 0,154 | 0,131 |
| 29 | 0,372 | 0,300 | 0,248 | 0,203 | 0,196 | 0,164 | 0,168 | 0,142 | 0,150 | 0,127 |
| 30 | 0,363 | 0,293 | 0,241 | 0,198 | 0,191 | 0,159 | 0,164 | 0,138 | 0,145 | 0,124 |
| 31 | 0,355 | 0,286 | 0,235 | 0,193 | 0,186 | 0,155 | 0,159 | 0,134 | 0,141 | 0,120 |
| 32 | 0,347 | 0,280 | 0,229 | 0,188 | 0,181 | 0,151 | 0,155 | 0,131 | 0,138 | 0,117 |
| 33 | 0,339 | 0,273 | 0,224 | 0,184 | 0,177 | 0,147 | 0,151 | 0,127 | 0,134 | 0,114 |
| 34 | 0,332 | 0,267 | 0,218 | 0,179 | 0,172 | 0,144 | 0,147 | 0,124 | 0,131 | 0,111 |
| 35 | 0,325 | 0,262 | 0,213 | 0,175 | 0,168 | 0,140 | 0,144 | 0,121 | 0,127 | 0,108 |
| 36 | 0,318 | 0,256 | 0,208 | 0,172 | 0,165 | 0,137 | 0,140 | 0,118 | 0,124 | 0,106 |
| 37 | 0,312 | 0,251 | 0,204 | 0,168 | 0,161 | 0,134 | 0,137 | 0,116 | 0,121 | 0,103 |
| 38 | 0,306 | 0,246 | 0,200 | 0,164 | 0,157 | 0,131 | 0,134 | 0,113 | 0,119 | 0,101 |
| 39 | 0,300 | 0,242 | 0,196 | 0,161 | 0,154 | 0,129 | 0,131 | 0,111 | 0,116 | 0,099 |
| 40 | 0,294 | 0,237 | 0,192 | 0,158 | 0,151 | 0,126 | 0,128 | 0,108 | 0,114 | 0,097 |

p = broj laboratorija na nekoj razini
 n = broj rezultata mjerenja po uzorku

3.2.1.1. Primjer 1.

U ispitivanju udjela sumpora u ugljenu je sudjelovalo 8 laboratorija. Rezultati mjerenja su prikazani u tablici 5. Udio sumpora se izračuna tako da se maseni udio sumpora podijeli sa ukupnom masom ugljena. Za sve dobivene rezultate mjerenja za određeni laboratorij na određenoj razini ispitivanja, izračunate su srednje vrijednosti udjela sumpora \bar{y}_{ij} i rezultati su prikazani u tablici 6.

Tablica 5. Rezultati mjerenja [1]

| Laboratorij | Razina j | | | |
|-------------|------------|------|------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 | 0,71 | 1,20 | 1,68 | 3,26 |
| | 0,71 | 1,18 | 1,70 | 3,26 |
| | 0,70 | 1,23 | 1,68 | 3,20 |
| | 0,71 | 1,21 | 1,69 | 3,24 |
| 2 | 0,69 | 1,22 | 1,64 | 3,20 |
| | 0,67 | 1,21 | 1,64 | 3,20 |
| | 0,68 | 1,22 | 1,65 | 3,20 |
| 3 | 0,66 | 1,28 | 1,61 | 3,37 |
| | 0,65 | 1,31 | 1,61 | 3,36 |
| | 0,69 | 1,30 | 1,62 | 3,38 |
| 4 | 0,67 | 1,23 | 1,68 | 3,16 |
| | 0,65 | 1,18 | 1,66 | 3,22 |
| | 0,66 | 1,20 | 1,66 | 3,23 |
| 5 | 0,70 | 1,31 | 1,64 | 3,20 |
| | 0,69 | 1,22 | 1,67 | 3,19 |
| | 0,66 | 1,22 | 1,60 | 3,18 |
| | 0,71 | 1,24 | 1,66 | 3,27 |
| | 0,69 | - | 1,68 | 3,24 |
| 6 | 0,73 | 1,39 | 1,70 | 3,27 |
| | 0,74 | 1,36 | 1,73 | 3,31 |
| | 0,73 | 1,37 | 1,73 | 3,29 |
| 7 | 0,71 | 1,20 | 1,69 | 3,27 |
| | 0,71 | 1,26 | 1,70 | 3,24 |
| | 0,69 | 1,26 | 1,68 | 3,23 |
| 8 | 0,70 | 1,24 | 1,67 | 3,25 |
| | 0,65 | 1,22 | 1,68 | 3,26 |
| | 0,68 | 1,30 | 1,67 | 3,26 |

Tablica 6. Udio sumpora u ugljenu (srednja vrijednost) [1]

| Laboratorij <i>i</i> | Udio sumpora u ugljenu na razini <i>j</i> | | | | | | | |
|-------------------------|---|----------|----------------|----------|----------------|----------|----------------|----------|
| | 1 | | 2 | | 3 | | 4 | |
| | \bar{y}_{ij} | n_{ij} | \bar{y}_{ij} | n_{ij} | \bar{y}_{ij} | n_{ij} | \bar{y}_{ij} | n_{ij} |
| 1 | 0,708 | 4 | 1,205 | 4 | 1,668 | 4 | 3,240 | 4 |
| 2 | 0,680 | 3 | 1,217 | 3 | 1,643 | 3 | 3,200 | 3 |
| 3 | 0,667 | 3 | 1,297 | 3 | 1,613 | 3 | 3,370 | 3 |
| 4 | 0,660 | 3 | 1,203 | 3 | 1,667 | 3 | 3,203 | 3 |
| 5 | 0,690 | 5 | 1,248 | 4 | 1,650 | 5 | 3,216 | 5 |
| 6 | 0,733 | 3 | 1,373 | 3 | 1,720 | 3 | 3,290 | 3 |
| 7 | 0,703 | 3 | 1,240 | 3 | 1,690 | 3 | 3,247 | 3 |
| 8 | 0,677 | 3 | 1,253 | 3 | 1,673 | 3 | 3,257 | 3 |

Postupak izračuna srednje vrijednosti \bar{y}_{ij} :

Laboratorij 1 je izračunao da su udjeli sumpora u ugljenu na razini 1 sljedeći: 0,71; 0,71; 0,70; 0,71 pa je srednja vrijednost \bar{y}_{ij} izračunata prema izrazu (1.5) i iznosi:

$$\bar{y}_{ij} = 0,708$$

Analogno tome su izračunati svi \bar{y}_{ij} za mjerne rezultate svih 8 laboratorija na sve 4 razine.

U tablici 7. su prikazana izračunata standardna odstupanja za svaki laboratorij na svakoj razini.

Tablica 7. Udio sumpora u ugljenu (standarno odstupanje) [1]

| Laboratorij <i>i</i> | Udio sumpora u ugljenu na razini <i>j</i> | | | | | | | |
|----------------------|---|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| | 1 | | 2 | | 3 | | 4 | |
| | s_{ij} | n_{ij} | s_{ij} | n_{ij} | s_{ij} | n_{ij} | s_{ij} | n_{ij} |
| 1 | 0,005 | 4 | 0,021 | 4 | 0,010 | 4 | 0,028 | 4 |
| 2 | 0,010 | 3 | 0,006 | 3 | 0,006 | 3 | 0,000 | 3 |
| 3 | 0,021 | 3 | 0,015 | 3 | 0,006 | 3 | 0,010 | 3 |
| 4 | 0,010 | 3 | 0,025 | 3 | 0,012 | 3 | 0,038 | 3 |
| 5 | 0,019 | 5 | 0,043 | 4 | 0,032 | 5 | 0,038 | 5 |
| 6 | 0,006 | 3 | 0,015 | 3 | 0,017 | 3 | 0,020 | 3 |
| 7 | 0,012 | 3 | 0,035 | 3 | 0,010 | 3 | 0,021 | 3 |
| 8 | 0,025 | 3 | 0,042 | 3 | 0,006 | 3 | 0,006 | 3 |

U sljedećem koraku se računa standardno odstupanje. Postupak izračuna standardnog odstupanja s_{ij} za laboratorij 1 na razini 1 je prema izrazu (1.1) i iznosi:

$$s_{ij} = 0,005$$

Analogno tome se izračunavaju svi s_{ij} za mjerne rezultate svih 8 laboratorija na sve 4 razine.

U tablici 4. su pronađene kritične Cochranove vrijednosti za $n = 3$ i $p = 8$, koje iznose 0,516 za razinu značajnosti od 5% i 0,615 za razinu značajnosti od 1%, pri čemu je n broj mjerenja, a p broj laboratorija koji sudjeluju u ispitivanju.

Cochranove statističke vrijednosti C se za sve razine ispitivanja računaju prema izrazu (1.9). Za prvu razinu ispitivanja iznosi:

$$C = 0,347$$

Analogno tome u tablici 8. su prikazane izračunate Cochranove statističke vrijednosti za preostale razine ispitivanja.

Tablica 8. Statističke vrijednosti za Cochranov test

| Cochranova statistika | razina j | | | |
|-----------------------|------------|-------|--------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| C | 0,347 | 0,287 | 0,598* | 0,310 |

Dobivene vrijednosti C iz tablice 8. su uspoređene s Cochranovim kritičnim vrijednostima za $n = 3$ i $p = 8$, koje iznose 0,516 za razinu značajnosti od 5% i 0,615 za razinu značajnosti od 1%.

Iz tablice 8. se vidi da je C na razini 3 veći od kritične vrijednosti C za razinu značajnosti od 5 %, koja iznosi 0,516, što znači da se na toj razini mjerenja mogu smatrati kao potencijalna pogreška. Niti jedna vrijednost C nije prošla kritičnu vrijednost C na razini značajnosti od 1%, koja iznosi 0,615, stoga grubih pogrešaka nema.

3.2.2. Grubbsov test

Grubbsovim testom se može odrediti da li su najveće i najmanje vrijednosti rezultata mjerenja grube pogreške. Njime su dane dvije mogućnosti promatranja rezultata i to jednostrano i dvostrano vanjsko promatranje. Izračunate vrijednosti za oba promatranja su uspoređene s kritičnim vrijednostima Grubbsovog testa, koje se nalaze u tablici 9.

Izračun aritmetičke sredine od N rezultata mjerenja $\hat{m} (\bar{y})$ se računa po izrazu (1.6).

Varijanca ponovljivosti s_{rj}^2 se računa prema izrazu:

$$s_{rj}^2 = \frac{\sum_{i=1}^p (n_{ij} - 1) s_{ij}^2}{\sum_{i=1}^p (n_{ij} - 1)} \quad (1.8)$$

U gornjem izrazu s_{ij} je dan formulom (1.1).

Među-laboratorijsko standardno odstupanje se računa prema izrazu:

$$s_{Lj}^2 = \frac{s_{Dj}^2 - s_{rj}^2}{\bar{n}_j} \quad (1.9)$$

Vrijednosti s_{Dj}^2 i \bar{n}_j se računaju prema sljedećim formulama:

$$s_{Dj}^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p n_{ij} (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_j)^2 \quad (2.1)$$

$$\bar{n}_j = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_{ij} - \frac{\sum_{i=1}^p n_{ij}^2}{\sum_{i=1}^p n_{ij}} \right] \quad (2.2)$$

Varijanca obnovljivosti s_R^2 se računa po izrazu:

$$s_R^2 = s_{Lj}^2 + s_{rj}^2 \quad (2.3)$$

3.2.2.1. Jedno najveće promatranje

Ova metoda se koristi kada je dana grupa podataka uzlazno raspoređena. Određuje se koje je najveće promatranje gruba pogreška na način da se izračuna Grubbsova statistika G_p po formuli:

$$G_p = \frac{x_p - \bar{x}}{s} \quad (2.4)$$

Vrijednosti \bar{x} i s se računaju na sljedeći način:

$$\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p x_i \quad (2.5)$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2} \quad (2.6)$$

Za ispitivanje značajnosti jednostranog najmanjeg promatranja, statistički test G_1 se računa po formuli:

$$G_1 = \frac{\bar{x} - x_1}{s} \quad (2.7)$$

Za Grubbsov test jednostranog najvećeg promatranja su primjenjeni sljedeći kriteriji:

- ako je statistika testa G manja ili jednaka 5 % kritične vrijednosti, ispitivana vrijednost je korektna,
- ako je statistika testa G veća od 5 % kritične vrijednosti, a manja ili jednaka 1 % kritične vrijednosti, tada se ispitivana vrijednost naziva potencijalna pogreška i označava se jednom zvjezdicom (*),
- ako je statistika testa G veća od 1 % kritične vrijednosti, ispitivana vrijednost se naziva statistički gruba pogreška i označava se sa dvije zvjezdice (**).

Tablica 9. Kritične vrijednosti za Grubbov test [1]

| p | jedna najveća ili jedna najmanja | | dvije najveće ili dvije najmanje | |
|-----|----------------------------------|------------|----------------------------------|-----------|
| | gornja 1 % | gornja 5 % | donja 1% | donja 5 % |
| 3 | 1,155 | 1,155 | - | - |
| 4 | 1,496 | 1,481 | 0,000 | 0,000 |
| 5 | 1,764 | 1,715 | 0,002 | 0,009 |
| 6 | 1,973 | 1,887 | 0,011 | 0,035 |
| 7 | 2,139 | 2,020 | 0,031 | 0,071 |
| 8 | 2,274 | 2,216 | 0,056 | 0,110 |
| 9 | 2,387 | 2,215 | 0,085 | 0,149 |
| 10 | 2,482 | 2,290 | 0,115 | 0,186 |
| 11 | 2,564 | 2,355 | 0,145 | 0,221 |
| 12 | 2,636 | 2,412 | 0,174 | 0,254 |
| 13 | 2,699 | 2,462 | 0,202 | 0,284 |
| 14 | 2,755 | 2,507 | 0,228 | 0,311 |
| 15 | 2,806 | 2,549 | 0,253 | 0,337 |
| 16 | 2,852 | 2,585 | 0,277 | 0,360 |
| 17 | 2,894 | 2,620 | 0,299 | 0,382 |
| 18 | 2,932 | 2,651 | 0,320 | 0,403 |
| 19 | 2,968 | 2,681 | 0,339 | 0,421 |
| 20 | 3,001 | 2,709 | 0,358 | 0,439 |
| 21 | 3,031 | 2,733 | 0,376 | 0,456 |
| 22 | 3,060 | 2,758 | 0,393 | 0,471 |
| 23 | 3,087 | 2,781 | 0,408 | 0,486 |
| 24 | 3,112 | 2,802 | 0,423 | 0,499 |
| 25 | 3,135 | 2,822 | 0,438 | 0,512 |
| 26 | 3,157 | 2,841 | 0,451 | 0,525 |
| 27 | 3,178 | 2,859 | 0,465 | 0,536 |
| 28 | 3,199 | 2,876 | 0,476 | 0,547 |
| 29 | 3,218 | 2,893 | 0,487 | 0,557 |
| 30 | 3,236 | 2,908 | 0,498 | 0,567 |
| 31 | 3,253 | 2,924 | 0,509 | 0,577 |
| 32 | 3,270 | 2,938 | 0,519 | 0,586 |
| 33 | 3,286 | 2,952 | 0,529 | 0,594 |
| 34 | 3,301 | 2,965 | 0,538 | 0,602 |
| 35 | 3,316 | 2,979 | 0,547 | 0,610 |
| 36 | 3,330 | 2,991 | 0,555 | 0,617 |
| 37 | 3,343 | 3,003 | 0,564 | 0,625 |
| 38 | 3,356 | 3,014 | 0,571 | 0,632 |
| 39 | 3,369 | 3,025 | 0,579 | 0,638 |
| 40 | 3,381 | 3,036 | 0,586 | 0,645 |

p = broj laboratorija na nekoj razini

3.2.2.2. Dvostruko najveće promatranje

Dvostruko najveće promatranje je metoda koja se provodi kada za dva najveća promatranja postoji mogućnost grubih pogrešaka. Grubbsova statistika se računa po formuli:

$$G = \frac{s_{p-1,p}^2}{s_0^2} \quad (2.8)$$

U gornjem izrazu s_0^2 i $s_{p-1,p}^2$ su izračunati po formulama:

$$s_0^2 = \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2 \quad (2.9)$$

$$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2 \quad (3.1)$$

Vrijednost $\bar{x}_{p-1,p}$ se računa po izrazu:

$$\bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_i \quad (3.2)$$

Isto tako, za ispitivanje dva najmanja promatranja, koja mogu biti grube pogreške, je korištena sljedeća formula:

$$G = \frac{s_{1,2}^2}{s_0^2} \quad (3.3)$$

Vrijednost $s_{1,2}^2$ je izračunata kako slijedi:

$$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^p (x_i - \bar{x}_{1,2})^2 \quad (3.4)$$

Vrijednost $\bar{x}_{1,2}$ je izračunata prema:

$$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=3}^p x_i \quad (3.5)$$

Za Grubbsov test dvostrukog najvećeg promatranja su primjenjeni sljedeći kriteriji:

- ako je statistika testa G veća ili jednaka 5 % kritične vrijednosti, ispitivana vrijednost je korektna,
- ako je statistika testa G veća ili jednaka od 1 % kritične vrijednosti, a manja od 5 % kritične vrijednosti, tada se ispitivana vrijednost naziva potencijalna pogreška i označava se jednom zvjezdicom (*),
- ako je statistika testa G manja od 1 % kritične vrijednosti, ispitivana vrijednost se naziva statistički gruba pogreška i označava se sa dvije zvjezdice (**).

3.2.2.3. Primjer 2.

Za srednje vrijednosti rezultata mjerenja dobivene od strane 8 laboratorija, koji su prikazani u tablici 6. u primjeru 1., je primjenjen Grubbsov test. Izračunate vrijednosti su prikazane u tablici 10.

Tablica 10. Primjena Grubbsovog testa na srednje vrijednosti [1]

| Razina | jednostrano najmanje promatranje | jednostrano vanjsko promatranje | dvostruko najmanje promatranje | dvostruko vanjsko promatranje | Vrsta testa |
|-----------------------|----------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| 1 | 1,24 | 1,80 | 0,539 | 0,298 | Grubbsova statistika testa |
| 2 | 0,91 | 2,09 | 0,699 | 0,108* | |
| 3 | 1,67 | 1,58 | 0,378 | 0,459 | |
| 4 | 0,94 | 2,09 | 0,679 | 0,132 | |
| Potencijalna pogreška | 2,126 | 2,126 | 0,110 | 0,110 | |
| Gruba pogreška | 2,274 | 2,274 | 0,056 | 0,056 | Grubbsova kritična vrijednost |

Jedno najmanje promatranje

Za razinu 1 u tablici 6. je izračunata srednja vrijednost za svaki laboratorij posebno. U ovisnosti o tome da li u nekom laboratoriju postoje grube i/ili potencijalne pogreške u odnosu na druge laboratorije, primjenjen je Grubbsov test na srednje vrijednosti u tablici 6. Aritmetička sredina srednjih vrijednosti za razinu 1 je izračunata prema izrazu (2.5) i iznosi:

$$\bar{x} = 0,689$$

Kada se izračuna ukupna srednja vrijednost za sve ispitne laboratorije, pristupa se izračunu standardnog odstupanja prema izrazu (2.6) i iznosi:

$$s = 0,024$$

Nakon što su sakupljeni svi potrebni podaci, pristupa se izračunu Grubbsove statistike prema izrazu (2.7) i koja iznosi:

$$G_1 = 1,24$$

Analogno tome izračunati će se sve Grubbsove vrijednosti na svim razinama.

Iz tablice 10. se može uočiti kako niti jedna izračunata Grubbsova vrijednost nije prošla kritičnu vrijednost pa se zaključuje kako grubih pogrešaka nema.

Jedno najveće promatranje

Rezultati \bar{x} i s jednaki su kao i kod jednostranog najmanjeg promatranja:

$$\bar{x} = 0,689$$

$$s = 0,024$$

Za izračun Grubbsove statistike je korišten izraz (2.4) i dobivena vrijednost je:

$$G_p = 1,80$$

Analogno tome izračunati će se sve Grubbsove vrijednosti na svim razinama.

Iz tablice 10. se može uočiti kako niti jedna izračunata Grubbsova vrijednost nije prošla kritičnu vrijednost pa se zaključuje kako grubih pogrešaka nema.

Dvostruko najmanje promatranje

Za izračun Grubbsove statistike testa najprije je izračunata srednja vrijednost rezultata mjerenja s time da u račun ne ulaze dvije najmanje vrijednosti. Za izračun je korišten izraz (3.2) i srednja vrijednost rezultata iznosi:

$$\bar{x}_{1,2} = 0,698$$

Nakon toga se pristupa izračunu $s_{1,2}^2$, tako da ne ulaze dvije najmanje vrijednosti, prema izrazu (3.4) i iznosi:

$$s_{1,2}^2 = 0,002$$

Sljedeći korak je izračun varijance s_0^2 , s time da ulaze i dvije najmanje vrijednosti, i jednak je izrazu (2.9), u kojem je \bar{x} srednja vrijednost za sve vrijednosti na razini 1, i iznosi:

$$s_0^2 = 0,004$$

Nakon izračuna varijanci $s_{1,2}^2$ i s_0^2 se pristupa izračunu Grubbsove statistike prema izrazu (3.3) i pritom iznosi:

$$G = 0,539$$

Analogno tome izračunati će se sve Grubbsove vrijednosti na svim razinama.

Iz tablice 10. se može uočiti kako niti jedna izračunata Grubbsova vrijednost nije prošla kritičnu vrijednost pa se zaključuje kako grubih pogrešaka nema.

Dvostruko najveće promatranje

Za izračun Grubbsove statistike testa najprije je izračunata srednja vrijednost rezultata mjerenja, s time da ne ulaze dvije najveće vrijednosti, prema izrazu (3.2) i pritom iznosi:

$$\bar{x}_{p-1,p} = 0,679$$

Zatim je potrebno izračunati varijancu $s_{p-1,p}^2$, u čiji račun ne ulaze dvije najveće vrijednosti, prema izrazu (3.1) i koja pritom iznosi:

$$s_{p-1,p}^2 = 0,001$$

Sljedeći korak je izračun varijance s_0^2 , u čiji račun ulaze i dvije najveće vrijednosti, pa je iznos varijance jednak kao i kod dvostrukog najmanjeg promatranja i iznosi:

$$s_0^2 = 0,004$$

Nakon izračuna varijanci $s_{p-1,p}^2$ i s_0^2 se pristupa izračunu Grubbove statistike prema izrazu (2.8) i pritom iznosi:

$$G = 0,298$$

Analogno postupcima koji su primjenjeni za razinu 1, izračunate su vrijednosti za preostale 3 razine.

Iz tablice 10. se može uočiti kako je vrijednost 0,108 manja od kritične vrijednosti 0,110 na razini značajnosti od 1% pa se zaključuje kako je to potencijalna pogreška, dok grubih pogrešaka nema.

Za izračun standardnih odstupanja ponovljivosti i obnovljivosti potrebno je izračunati varijance ponovljivosti i obnovljivosti. Izračunati rezultati prikazani su u tablici 11.

Tablica 11. Izračunate vrijednosti \hat{m}_j , s_{rj} i s_{Rj} [1]

| Razina j | p_j | \hat{m}_j | s_{rj} | s_{Rj} |
|------------|-------|-------------|----------|----------|
| 1 | 8 | 0,690 | 0,015 | 0,026 |
| 2 | 8 | 1,252 | 0,029 | 0,061 |
| 3 | 8 | 1,667 | 0,017 | 0,035 |
| 4 | 8 | 3,250 | 0,026 | 0,058 |

Izračun aritmetičke sredine od N rezultata mjerenja $\hat{m} (\bar{y})$ se računa prema izrazu (1.6) i iznosi:

$$\hat{m} = \bar{y} = 0,690$$

Varijanca ponovljivosti s_{rj}^2 se računa prema izrazu (1.8) i iznosi:

$$s_{rj}^2 = 0,232 \cdot 10^{-3}$$

Kako je varijanca obnovljivosti s_R^2 jednaka izrazu (2.3), potrebno je još izračunati među-laboratorijsko standardno odstupanje s_{Lj}^2 i to prema izrazu (1.9). Pritom se s_{Dj}^2 računa prema izrazu (2.1) i iznosi:

$$s_{Dj}^2 = 1,777 \cdot 10^{-3}$$

Vrijednost \bar{n}_j se računa prema izrazu (2.2) i iznosi:

$$\bar{n}_j = 3,354$$

Nakon što su izračunate vrijednosti \bar{n}_j i s_{Dj}^2 , tada se s_{Lj}^2 računa prema izrazu (1.9) i iznosi:

$$s_{Lj}^2 = 0,461 \cdot 10^{-3}$$

Prema izrazu (2.3), varijanca obnovljivosti s_R^2 iznosi:

$$s_R^2 = 0,693 \cdot 10^{-3}$$

Nakon što su poznate varijanca ponovljivosti s_{rj}^2 i varijanca obnovljivosti s_R^2 , standardno odstupanje ponovljivosti s_r i obnovljivosti s_R su izračunate kao drugi korijen i onda iznose:

$$s_R = 0,026$$

$$s_r = 0,015$$

Srednje vrijednosti standardnog odstupanja ponovljivosti i obnovljivosti za sve laboratorije dobivene su prema vrijednostima u tablici 11. i one tada iznose:

$$s_r = 0,022$$

$$s_R = 0,045$$

3.2.2.4. Primjer 3.

Primjer će biti riješen Cochranovim i Grubbsovim testom. Originalni podaci su prikazani u tablici 12.

Tablica 12. Originalni podaci: točka omekšanja smole (°C) [1]

| Laboratorij <i>i</i> | Razina <i>j</i> | | | |
|-------------------------|-----------------|------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 | 91,0 | 97,0 | 96,5 | 104,0 |
| | 89,6 | 97,2 | 97,0 | 104,0 |
| 2 | 89,7 | 98,5 | 97,2 | 102,6 |
| | 89,8 | 97,2 | 97,0 | 103,6 |
| 3 | 88,0 | 97,8 | 94,2 | 103,0 |
| | 87,5 | 94,5 | 95,8 | 99,5 |
| 4 | 89,2 | 96,8 | 96,8 | 102,5 |
| | 88,5 | 97,5 | 98,0 | 103,5 |
| 5 | 89,0 | 97,2 | 98,2 | 101,0 |
| | 90,0 | - | 98,5 | 100,2 |
| 6 | 88,5 | 97,8 | 99,5 | 102,2 |
| | 90,5 | 97,2 | 103,2 | 102,0 |
| 7 | 88,9 | 96,6 | 98,2 | 102,8 |
| | 88,2 | 97,5 | 99,0 | 102,2 |
| 8 | - | 96,0 | 98,4 | 102,6 |
| | - | 97,5 | 97,4 | 103,9 |
| 9 | 90,1 | 95,5 | 98,2 | 102,8 |
| | 88,4 | 96,8 | 96,7 | 102,0 |
| 10 | 89,0 | 95,2 | 94,8 | 99,8 |
| | 85,8 | 95,0 | 93,0 | 100,8 |
| 11 | 87,6 | 93,2 | 93,6 | 98,5 |
| | 84,4 | 93,4 | 93,9 | 97,8 |
| 12 | 88,2 | 95,8 | 95,8 | 101,7 |
| | 87,4 | 95,4 | 95,4 | 101,2 |
| 13 | 91,0 | 98,2 | 98,0 | 104,5 |
| | 90,4 | 99,5 | 97,0 | 105,6 |
| 14 | 87,5 | 97,0 | 97,1 | 105,2 |
| | 87,8 | 95,5 | 96,6 | 101,8 |
| 15 | 87,5 | 95,0 | 97,8 | 101,5 |
| | 87,6 | 95,2 | 99,2 | 100,9 |
| 16 | 88,8 | 95,0 | 97,2 | 99,5 |
| | 85,0 | 93,2 | 97,8 | 99,8 |

U tablici 13. su prikazane izračunate srednje vrijednosti rezultata za svaki laboratorij na određenoj razini ispitivanja.

Tablica 13. Srednje vrijednosti : Točka omekšanja smole (°C) [1]

| Laboratorij <i>i</i> | Razina <i>j</i> | | | |
|-------------------------|-----------------|-------|--------|--------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 | 90,30 | 97,10 | 96,75 | 104,00 |
| 2 | 89,75 | 97,85 | 97,10 | 103,10 |
| 3 | 87,75 | 96,15 | 95,00 | 101,25 |
| 4 | 88,85 | 97,15 | 97,00 | 103,00 |
| 5 | 89,50 | - | 98,35 | 100,60 |
| 6 | 89,50 | 97,50 | 101,35 | 102,10 |
| 7 | 88,55 | 97,05 | 98,60 | 102,50 |
| 8 | - | 96,75 | 97,90 | 103,25 |
| 9 | 89,25 | 96,15 | 97,45 | 102,40 |
| 10 | 85,90 | 95,10 | 93,90 | 100,30 |
| 11 | 86,00 | 93,30 | 93,75 | 98,00 |
| 12 | 87,80 | 95,60 | 95,60 | 101,45 |
| 13 | 90,70 | 98,85 | 97,50 | 105,05 |
| 14 | 87,65 | 96,25 | 96,85 | 103,50 |
| 15 | 87,55 | 95,10 | 98,50 | 101,20 |
| 16 | 86,90 | 94,10 | 97,50 | 99,65 |

Srednja vrijednost za laboratorij 1 na razini 1 je dobivena prema podacima iz tablice 12. prema izrazu (1.5) i iznosi:

$$\bar{y} = 90,30$$

Analogno tome se izračunavaju sve preostale srednje vrijednosti.

Primjena Cochranovog testa

Kritične Cochranove vrijednosti su očitane iz tablice 4. Za broj ponavljanja testa $n = 2$ na razini značajnosti od 5 %, očitana vrijednost je 0,471 za 15 laboratorija i 0,452 za 16 laboratorija. U tablici 14. su prikazane vrijednosti standardnih odstupanja.

Tablica 14. Vrijednosti standardnih odstupanja [1]

| Laboratorij <i>i</i> | Razina <i>j</i> | | | | | | | |
|----------------------|-----------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| | 1 | | 2 | | 3 | | 4 | |
| | s_{ij} | n_{ij} | s_{ij} | n_{ij} | s_{ij} | n_{ij} | s_{ij} | n_{ij} |
| 1 | 0,989 | 2 | 0,141 | 2 | 0,354 | 2 | 0 | 2 |
| 2 | 0,071 | 2 | 0,919 | 2 | 0,141 | 2 | 0,707 | 2 |
| 3 | 0,354 | 2 | 2,333 | 2 | 1,131 | 2 | 2,475 | 2 |
| 4 | 0,495 | 2 | 0,495 | 2 | 1,414 | 2 | 0,707 | 2 |
| 5 | 0,707 | 2 | - | - | 0,212 | 2 | 0,566 | 2 |
| 6 | 1,414 | 2 | 0,424 | 2 | 2,616 | 2 | 0,141 | 2 |
| 7 | 0,495 | 2 | 0,636 | 2 | 0,566 | 2 | 0,424 | 2 |
| 8 | - | - | 1,061 | 2 | 0,707 | 2 | 0,919 | 2 |
| 9 | 1,202 | 2 | 0,919 | 2 | 1,061 | 2 | 0,566 | 2 |
| 10 | 0,141 | 2 | 0,141 | 2 | 1,273 | 2 | 0,707 | 2 |
| 11 | 2,262 | 2 | 0,141 | 2 | 0,212 | 2 | 0,283 | 2 |
| 12 | 0,566 | 2 | 0,283 | 2 | 0,283 | 2 | 0,354 | 2 |
| 13 | 0,424 | 2 | 0,919 | 2 | 0,707 | 2 | 0,778 | 2 |
| 14 | 0,212 | 2 | 1,061 | 2 | 0,354 | 2 | 2,404 | 2 |
| 15 | 0,071 | 2 | 0,141 | 2 | 0,989 | 2 | 0,424 | 2 |
| 16 | 2,687 | 2 | 1,273 | 2 | 0,424 | 2 | 0,212 | 2 |

Vrijednost s za laboratorij 1 na razini 1 se računa prema izrazu (1.1) i iznosi:

$$s_{ij} = 0,989$$

Analogno tome su izračunata sva standardna odstupanja za preostale laboratorije na sve 4 razine.

Nakon toga se pristupa izračunu Cochranove statistike C . Za razinu 1 C se računa prema izrazu (1.7) i iznosi:

$$C = 0,391$$

Analogno ovome su izračunate Cochranove vrijednosti C za preostale 3 razine.

U tablici 15. su prikazane izračunate Cochranove vrijednosti C za sve 4 razine testa.

Tablica 15. Vrijednosti Cochranove statistike C [1]

| Razina j | 1 | 2 | 3 | 4 |
|--|------------|------------|------------|------------|
| C | 0,391 (15) | 0,424 (15) | 0,434 (16) | 0,380 (16) |
| Napomena-broj laboratorija se nalazi u zagradama | | | | |

Niti jedna izračunata vrijednost C nije prošla kritičnu vrijednost C na razini značajnosti od 5%, koja iznosi 0,452, stoga je zaključak da grubih pogrešaka nema.

Primjena Grubbsovog testa

U tablici 16. su prikazane izračunate Grubbsove statistike testa.

Tablica 16. Primjena Grubbsovog testa na srednje vrijednosti [1]

| Razina | jednostrano najmanje promatranje | jednostrano vanjsko promatranje | dvostruko najmanje promatranje | dvostruko vanjsko promatranje | Vrsta testa |
|-----------------------------------|----------------------------------|---------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| 1 | 1,69 | 1,80 | 0,539 | 0,298 | Grubbsova statistika testa |
| 2 | 2,04 | 2,09 | 0,699 | 0,108 | |
| 3 | 1,76 | 1,58 | 0,378 | 0,459 | |
| 4 | 2,22 | 2,09 | 0,679 | 0,132 | |
| Potencijalna pogreška $p = 15$ | 2,549 | 2,549 | 0,336 7 | 0,336 7 | Grubbsova kritična vrijednost |
| $p = 16$ | 2,585 | 2,585 | 0,360 3 | 0,360 3 | |
| Gruba pogreška $p = 15$ | 2,806 | 2,806 | 0,253 0 | 0,253 0 | |
| $p = 16$ | 2,852 | 2,852 | 0,276 7 | 0,276 7 | |

Jedno najmanje promatranje

Za razinu 1 u tablici 13. je izračunata srednja vrijednost za svaki laboratorij posebno. U ovisnosti o tome da li se u laboratoriju traže grube i/ili potencijalne pogreške u odnosu na druge laboratorije, primjeniti će se Grubbsov test na srednje vrijednosti u tablici 13. Aritmetička sredina srednjih vrijednosti za razinu 1 je izračunata prema izrazu (2.5) i iznosi:

$$\bar{x} = 88,397$$

Nakon što je izračunata ukupna srednja vrijednost za sve ispitne laboratorije, pristupa se izračunu standardnog odstupanja prema izrazu (2.6) koje onda iznosi:

$$s = 1,474$$

Nakon što su sakupljeni svi potrebni podaci, pristupa se izračunu Grubbsove statistike po izrazu (2.7), gdje je x_1 najmanja vrijednost za razinu 1, i koja iznosi:

$$G_1 = 1,69$$

Analogno postupku za razinu 1 izračunati će se Grubbsove vrijednosti na svim razinama.

U skladu s tablicom 9. uočljivo je da na razini značajnosti od 5% vrijednost $G_1 = 1,69$ nije prošla kritičnu vrijednost 2,549 za 15 laboratorija i 2,585 za 16 laboratorija te je zaključak da grubih pogrešaka nema.

Jedno najveće promatranje

Rezultati \bar{x} i s jednaki su kao i kod jednog najmanjeg promatranja i iznose:

$$\bar{x} = 88,396$$

$$s = 1,474$$

Za izračun Grubbsove statistike je korišten izraz (2.4), gdje je x_p najveća vrijednost za razinu 1, i koja iznosi:

$$G_p = 1,56$$

U skladu s tablicom 9. uočljivo je da na razini značajnosti od 5% vrijednost $G_1 = 1,56$ nije prošla kritičnu vrijednost 2,549 za 15 laboratorija i 2,585 za 16 laboratorija te je zaključak da grubih pogrešaka nema.

Dvostruko najmanje promatranje

Za izračun Grubbsove statistike testa najprije je izračunata srednja vrijednost rezultata mjerenja, s time da u račun ne ulaze dvije najmanje vrijednosti, i to prema izrazu (3.5), pa srednja vrijednost rezultata iznosi:

$$\bar{x}_{1,2} = 88,773$$

Nakon toga pristupa se izračunu $s_{1,2}^2$, s time da u račun ne ulaze dvije najmanje vrijednosti, prema izrazu (3.4) i koja tada iznosi:

$$s_{1,2}^2 = 16,598$$

Sljedeći korak je izračun varijance s_0^2 , s time da u račun ulaze i dvije najmanje vrijednosti, prema izrazu (2.9) i ona iznosi :

$$s_0^2 = 30,417$$

Nakon izračuna varijanci $s_{1,2}^2$ i s_0^2 pristupa se izračunu Grubbsove statistike prema izrazu (3.3) i koja iznosi:

$$G = 0,546$$

U skladu s tablicom 9. uočljivo je da na razini značajnosti od 5% vrijednost $G = 0,546$ nije prošla kritičnu vrijednost 2,549 za 15 laboratorija i 2,585 za 16 laboratorija te je zaključak da grubih pogrešaka nema.

Dvostruko najveće promatranje

Za izračun Grubbsove statistike testa najprije je izračunata srednja vrijednost rezultata mjerenja i to prema izrazu (3.2), s time da u račun ne ulaze dvije najveće vrijednosti, pa srednja vrijednost iznosi:

$$\bar{x}_{p-1,p} = 88,073$$

Prema izrazu (3.1), je potrebno izračunati varijancu $s^2_{p-1,p}$, s time da u račun ne ulaze dvije najveće vrijednosti, i koja onda iznosi:

$$s^2_{p-1,p} = 20,128$$

Sljedeći korak je izračunati varijancu s_0^2 , tako da u račun ulaze i dvije najveće vrijednosti, pa je iznos varijance jednak kao i kod dvostrukog najmanjeg promatranja i iznosi:

$$s_0^2 = 30,417$$

Nakon što su prikupljeni svi potrebni podaci, pristupa se izračunu Grubbsove statistike prema izrazu (2.8) i koja tada iznosi:

$$G = 0,662$$

Analogno postupcima koji su primjenjeni za razinu 1, izračunate su vrijednosti za preostale 3 razine.

Za izračun standarnih odstupanja ponovljivosti i obnovljivosti potrebno je izračunati varijance ponovljivosti i obnovljivosti. Izračunati rezultati su prikazani u tablici 17.

Tablica 17. Izračunate vrijednosti \hat{m}_j , s_{rj} i s_{Rj} [1]

| Razina j | p_j | \hat{m}_j | s_{rj} | s_{Rj} |
|------------|-------|-------------|----------|----------|
| 1 | 15 | 88,40 | 1,109 | 1,670 |
| 2 | 15 | 96,27 | 0,925 | 1,597 |
| 3 | 16 | 97,07 | 0,993 | 2,010 |
| 4 | 16 | 10,96 | 1,004 | 1,915 |

Izračun aritmetičke sredine od N rezultata mjerenja $\hat{m} (\bar{y})$ se računa prema izrazu (1.6) i iznosi:

$$\hat{m} = \bar{y} = 88,396$$

Varijanca ponovljivosti s_{rj}^2 se računa prema izrazu (1.8), gdje su s_{ij}^2 izračunate vrijednosti iz tablice 14., te s_{rj}^2 tada iznosi :

$$s_{rj}^2 = 1,23$$

Kako je varijanca obnovljivosti s_R^2 jednaka izrazu (2.3) potrebno je još izračunati među-laboratorijsko standardno odstupanje s_{Lj}^2 i to prema izrazu (1.9). U izrazu (1.9) s_{Dj}^2 se računa prema formuli (2.1) i iznosi:

$$s_{Dj}^2 = 4,345$$

Vrijednost \bar{n}_j se računa prema izrazu (2.2) i iznosi:

$$\bar{n}_j = 2$$

Nakon što su izračunate vrijednosti \bar{n}_j i s_{Dj}^2 , tada se s_{Lj}^2 računa prema izrazu (1.9) i iznosi:

$$s_{Lj}^2 = 1,557$$

Varijanca obnovljivosti s_R^2 je tada jednaka izrazu (2.3) i iznosi:

$$s_R^2 = 2,7875$$

Nakon što je poznata varijanca varijanca ponovljivosti s_{rj}^2 i obnovljivosti s_R^2 , standardno odstupanje ponovljivosti s_r i obnovljivosti s_R su izračunate kao drugi korijen i onda iznose:

$$s_R = 1,669$$

$$s_r = 1,109$$

U tablici 17. vrijednosti ne pokazuju neke značajne ovisnosti, osim možda za obnovljivost. Može se zaključiti da preciznost ne ovisi o m , stoga se m može uzeti kao konačna vrijednost za standardno odstupanje ponovljivosti i obnovljivosti. Za praktičnu upotrebu, vrijednosti preciznosti mjerne metode mogu se smatrati nezavisne za razinu materijala i one iznose:

$$s_r = 1,0^\circ C$$

$$s_R = 1,8^\circ C$$

3.3. Analiza odstupanja (ANOVA)

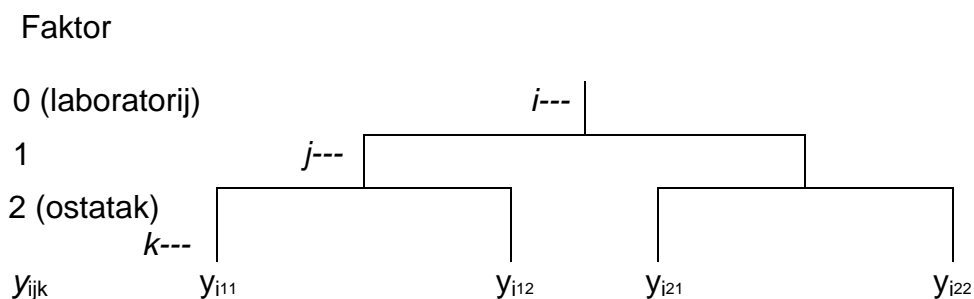
ANOVA metoda služi za izračunavanje ponovljivosti i obnovljivosti mjernih rezultata. Analizom odstupanja moguće je procijeniti varijabilnost koja se dogodila zbog različitih utjecaja. Varijabilnost se izražava odstupanjem, to jest prijelaznom preciznošću. Pod prijelaznom preciznošću se podrazumijeva preciznost koja je dobivena mjenjanjem nekog parametra kao što su na primjer: mjeritelj, oprema, vrijeme mjerenja ili uzorak.

Razlikuju se dva modela i to simetrični i stepenasti faktorski model od kojih će svaki biti detaljnije objašnjen u nastavku.

3.3.1. Simetrični faktorski model

3.3.1.1. Simetrični 3-faktorski model

Koristeći simetrični 3-faktorski model grupno u nekoliko laboratorija, jedna srednja preciznost mjerenja može biti dobivena u isto vrijeme kad i ponovljivost i obnovljivost standardnog odstupanja. Na slici 1. je shematski prikazan simetrični 3-faktorski model. Kod tog modela indeksi i , j , i k mogu na primjer predstavljati: i za laboratorij, j za dan mjerenja i k za ponavljanje pod uvjetima ponovljivosti. Analiza rezultata za simetrični n -faktorski model se provodi statističkom tehnikom analiza varijance (ANOVA) i to odvojeno za svaku razinu mjerenja.



Slika 1. Simetrični 3-faktorski model [1]

Za simetrični 3-faktorski model, srednje vrijednosti i rasponi rezultata mjerenja za neki laboratorij su izračunati kako slijedi :

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{2}(y_{ij1} + y_{ij2}) \quad (3.6)$$

$$\bar{y}_i = \frac{1}{2}(\bar{y}_{i1} + \bar{y}_{i2}) \quad (3.7)$$

$$\bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_i \quad (3.8)$$

$$w_{ij(1)} = |y_{ij1} - y_{ij2}| \quad (3.9)$$

$$w_{i(2)} = |\bar{y}_{i1} - \bar{y}_{i2}| \quad (4.1)$$

Važno je naglasiti da ako su u nekom laboratoriju rezultati mjerenja označeni kao grube i/ili potencijalne pogreške, da se pritom putem metode ANOVA isključe svi rezultati mjerenja za taj laboratorij.

Zbroj kvadrata odstupanja, SST , se može izračunati na sljedeći način:

$$SST = \sum_i \sum_j \sum_k (y_{ijk} - \bar{\bar{y}})^2 = SSO + SS1 + SSe \quad (4.2)$$

U izrazu (4.2) su: SSO zbroj kvadrata odstupanja između laboratorija, $SS1$ zbroj kvadrata odstupanja unutar laboratorija i $SS2$ zbroj kvadrata odstupanja pojedinog mjerenja u uvjetima ponovljivosti i računaju se prema sljedećim izrazima:

$$SSO = \sum_i \sum_j \sum_k (y_i - \bar{y})^2 = 4 \sum_i (y_i - \bar{y})^2 = 4 \sum_i (\bar{y}_i)^2 - 4p(\bar{y})^2 \quad (4.3)$$

$$SS1 = \sum_i \sum_j \sum_k (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = 2 \sum_i \sum_j (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = \sum_i w_{i(2)}^2 \quad (4.4)$$

$$SSe = \sum_i \sum_j \sum_k (y_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2 = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j w_{ij(1)}^2 \quad (4.5)$$

Procjena standardnih odstupanja $s_{(0)}^2$, $s_{(1)}^2$ i s_r^2 od očekivanih standardnih odstupanja $\sigma_{(0)}^2$, $\sigma_{(1)}^2$ i σ_r^2 se mogu izračunati iz korigiranih odstupanja MSO , $MS1$ i Mse prema izrazima:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{4}(MSO - MS1) \quad (4.6)$$

$$s_{(1)}^2 = \frac{1}{2}(MS1 - MSe) \quad (4.7)$$

$$s_r^2 = MSe \quad (4.8)$$

Procjena odstupanja ponovljivosti s_r^2 , procjena odstupanja prijelazne preciznosti $s_{l(1)}^2$ (ako se mijenja samo jedan parametar) i procjena odstupanja obnovljivosti s_R^2 su jednake:

$$s_r^2 \tag{4.9}$$

$$s_{l(1)}^2 = s_r^2 + s_{(1)}^2 \tag{5.1}$$

$$s_R^2 = s_r^2 + s_{(1)}^2 + s_{(0)}^2 \tag{5.2}$$

Prikaz ANOVA tablice za simetrični 3-faktorski model je prikazan tablicom 18.

Tablica 18. ANOVA tablica za simetrični 3-faktorski model [1]

| faktori | zbroj kvadrata odstupanja | broj stupnjeva slobode | sredina kvadrata odstupanja | očekivana vrijednost srednjeg kvadrata odstupanja |
|---------|---------------------------|------------------------|-----------------------------|---|
| 0 | SSO | $p-1$ | $MSO=SSO/(p-1)$ | $\sigma_r^2 + 2\sigma_{(1)}^2 + 4\sigma_{(0)}^2$ |
| 1 | SS1 | p | $MS1=SS1/p$ | $\sigma_r^2 + 2\sigma_{(1)}^2$ |
| ostatak | SSe | $2p$ | $MSe=SSe/(2p)$ | σ_r^2 |
| ukupno | SST | $4p-1$ | - | - |

3.3.1.2. Simetrični 4-faktorski model

Kod simetričnog 4-faktorskog modela, slično kao i kod simetričnog 3-faktorskog modela, cilj je dobiti dvije srednje preciznosti mjerenja. Na slici 2. je shematski prikazan simetrični 4-faktorski model. U ovom modelu indeksi $i, j, k, i l$ mogu predstavljati: i za laboratorij, j za dan mjerenja, k za mjeritelja i l za ponavljanje pod uvjetima ponovljivosti. Analiza rezultata za simetrični n -faktorski model se provodi statističkom tehnikom analiza varijance (ANOVA) i to odvojeno za svaku razinu mjerenja.

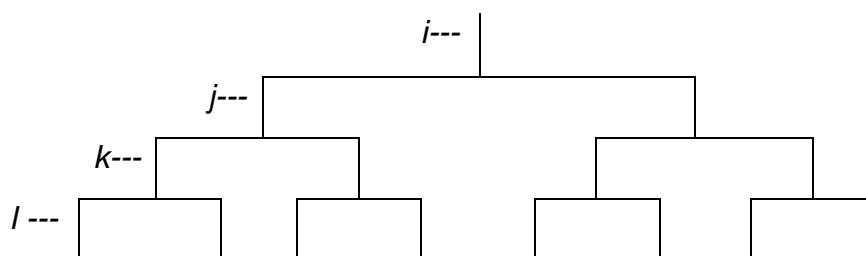
Faktori

0 (laboratorij)

1

2

3 (ostatak)



Slika 2. Simetrični 4-faktorski model [1]

Za simetrični 4-faktorski model, srednje vrijednosti i rasponi rezultata mjerenja za neki laboratorij su izračunati kako slijedi:

$$\bar{y}_{ijk} = \frac{1}{2}(y_{ijk1} + y_{ijk2}) \quad (5.3)$$

$$\bar{y}_{ij} = \frac{1}{2}(\bar{y}_{ij1} + \bar{y}_{ij2}) \quad (5.4)$$

$$\bar{y}_i = \frac{1}{2}(\bar{y}_{i1} + \bar{y}_{i2}) \quad (5.5)$$

$$\bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_i \quad (5.6)$$

$$w_{ijk(1)} = |y_{ijk1} - y_{ijk2}| \quad (5.7)$$

$$w_{ij(2)} = |\bar{y}_{ij1} - \bar{y}_{ij2}| \quad (5.8)$$

$$w_{i(3)} = |\bar{y}_{i1} - \bar{y}_{i2}| \quad (5.9)$$

Zbroj kvadrata odstupanja , SST , se može izračunati na sljedeći način:

$$SST = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (y_{ijkl} - \bar{y})^2 = SSO + SS1 + SS2 + SSe \quad (6.1)$$

U gornjem izrazu je: SSO zbroj kvadrata odstupanja između laboratorija, $SS1$ zbroj kvadrata odstupanja unutar laboratorija, $SS2$ zbroj kvadrata odstupanja između mjeritelja i SSe zbroj kvadrata odstupanja pojedinog mjerenja u uvjetima ponovljivosti i računaju se prema sljedećim izrazima:

$$SSO = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (y_i - \bar{y})^2 = 8 \sum_i (\bar{y}_i)^2 - 8p(\bar{y})^2 \quad (6.2)$$

$$SS1 = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (\bar{y}_{ijk} - \bar{y}_i)^2 = 4 \sum_i \sum_j (\bar{y}_{ij} - \bar{y}_i)^2 = 2 \sum_i w_{i(3)}^2 \quad (6.3)$$

$$SS2 = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (\bar{y}_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2 = 2 \sum_i \sum_j (\bar{y}_{ijk} - \bar{y}_{ij})^2 = \sum_i \sum_j w_{ij(2)}^2 \quad (6.4)$$

$$SSe = \sum_i \sum_j \sum_k \sum_l (y_{ijkl} - \bar{y}_{ij})^2 = \frac{1}{2} \sum_i \sum_j \sum_k w_{ijk(1)}^2 \quad (6.5)$$

Procjena standardnih odstupanja $s_{(0)}^2$, $s_{(1)}^2$, $s_{(2)}^2$ i s_r^2 od očekivanih standardnih odstupanja $\sigma_{(0)}^2$, $\sigma_{(1)}^2$, $\sigma_{(1)}^2$ i σ_r^2 se mogu izračunati iz korigiranih odstupanja MSO , MS , $MS2$ i Mse prema izrazima:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{8}(MSO - MS1) \quad (6.6)$$

$$s_{(1)}^2 = \frac{1}{4}(MS2 - MS1) \quad (6.7)$$

$$s_{(2)}^2 = \frac{1}{2}(MS1 - MSe) \quad (6.8)$$

$$s_r^2 = MSe \quad (6.9)$$

Procjena odstupanja ponovljivosti s_r^2 , procjena odstupanja prijelazne preciznosti $s_{l(1)}^2$ (ako se mijenja samo jedan parametar), procjena preciznosti (ako se mijenjaju dva parametra) i procjena odstupanja obnovljivosti s_R^2 su jednake:

$$s_r^2 \quad (7.1)$$

$$s_{l(1)}^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2 \quad (7.2)$$

$$s_{l(2)}^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2 + s_{(1)}^2 \quad (7.3)$$

$$s_R^2 = s_r^2 + s_{(2)}^2 + s_{(1)}^2 + s_{(0)}^2 \quad (7.4)$$

ANOVA metoda za simetrični 4-faktorski model je prikazana tablicom 19.

Tablica 19. ANOVA tablica za simetrični 3-faktorski model [1]

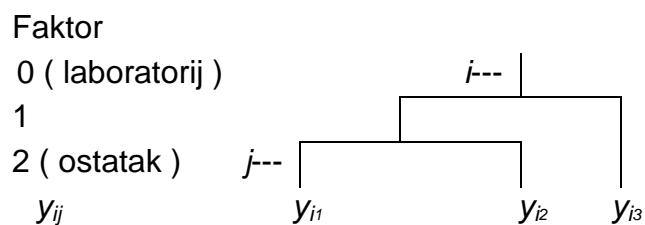
| faktori | zbroj kvadrata odstupanja | broj stupnjeva slobode | sredina kvadrata odstupanja | očekivana vrijednost srednjeg kvadrata odstupanja |
|---------|---------------------------|------------------------|-----------------------------|--|
| 0 | SSO | $p-1$ | $MSO=SSO/(p-1)$ | $\sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2 + 4\sigma_{(1)}^2 + 8\sigma_{(0)}^2$ |
| 1 | SS1 | p | $MS1=SS1/p$ | $\sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2 + 4\sigma_{(1)}^2$ |
| 2 | SS2 | $2p$ | $MS2=SS2/(2p)$ | $\sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2$ |
| ostatak | SSe | $4p$ | $MSe=SSe/(4p)$ | σ_r^2 |
| ukupno | SST | $8p-1$ | - | - |

3.3.2. Stepenasti faktorski model

U ovom modelu je potreban manji broj mjerenja, ali je zato izračun malo složeniji nego što je to slučaj u simetričnom faktorskom modelu.

3.3.2.1. Stepenasti 3-faktorski model

Ovaj model iziskuje da svaki laboratorij i napravi 3 rezultata mjerenja. Stepenasti 3-faktorski model je shematski prikazan na slici 3.



Slika 3. Stepenasti 3-faktorski model [1]

Rezultati mjerenja y_{i1} i y_{i2} se dobivaju u uvjetima ponovljivosti na primjer prvi dan, dok rezultat mjerenja y_{i3} u uvjetima prijelazne preciznosti s različitim M faktorom ($M = 1,2$ ili 3) na primjer drugi dan.

Važno je napomenuti da se višim stepenicama (0,1,...) dodijeljuju parametri koji imaju najveći utjecaj na sustavnu pogrešku, kao što su na primjer laboratorij ili mjeritelj, dok se nižim stepenicama dodijeljuju parametri koji imaju utjecaj na slučajne pogreške.

Za stepenasti 3-faktorski model, srednje vrijednosti i rasponi rezultata ispitivanja za neki laboratorij su izračunati kako slijedi:

$$\bar{y}_{i(1)} = \frac{1}{2}(y_{i1} + y_{i2}) \tag{7.5}$$

$$\bar{y}_{i(2)} = \frac{1}{3}(y_{i1} + y_{i2} + y_{i3}) \tag{7.6}$$

$$\bar{y}_i = \frac{1}{2}(\bar{y}_{i1} + \bar{y}_{i2}) \tag{7.7}$$

$$\bar{y} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_{i(2)} \tag{7.8}$$

$$w_{i(1)} = |y_{i1} - y_{i2}| \tag{7.9}$$

$$w_{i(2)} = |\bar{y}_{i1} - \bar{y}_{i3}| \tag{8.1}$$

Zbroj kvadrata odstupanja, SST , se može izračunati na sljedeći način:

$$SST = \sum_i \sum_j (y_{ij} - \bar{y})^2 = SSO + SS1 + SSe \quad (8.2)$$

U gornjem izrazu su: SSO zbroj kvadrata odstupanja između laboratorija, $SS1$ zbroj kvadrata odstupanja unutar laboratorija i SSe zbroj kvadrata odstupanja pojedinog mjerenja u uvjetima ponovljivosti i računaju se prema sljedećim izrazima:

$$SSO = 3 \sum_i (\bar{y}_{i(2)})^2 - 3p(\bar{y})^2 \quad (8.3)$$

$$SS1 = \frac{2}{3} \sum_i w_{i(2)}^2 \quad (8.4)$$

$$SSe = \frac{1}{2} \sum_i w_{i(1)}^2 \quad (8.5)$$

Procjena standardnih odstupanja $s_{(0)}^2$, $s_{(1)}^2$ i s_r^2 od očekivanih standardnih odstupanja $\sigma_{(0)}^2$, $\sigma_{(1)}^2$ i σ_r^2 se mogu izračunati iz korigiranih odstupanja MSO , $MS1$ i Mse prema izrazima:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{3} MSO - \frac{5}{12} MS1 + \frac{1}{12} MSe \quad (8.6)$$

$$s_{(1)}^2 = \frac{3}{4}MS1 - \frac{3}{4}MSe) \quad (8.7)$$

$$s_r^2 = MSe \quad (8.8)$$

Procjena odstupanja ponovljivosti s_r^2 , procjena odstupanja prijelazne preciznosti $s_{l(1)}^2$ (ako se mijenja samo jedan parametar) i procjena odstupanja obnovljivosti s_R^2 jednake su izrazima (4.9), (5.1) i (5.2).

ANOVA metoda za stepenasti 3-faktorski model prikazana je tablicom 20.

Tablica 20. ANOVA tablica za simetrični 3-faktorski model [1]

| faktori | zbroj kvadrata odstupanja | broj stupnjeva slobode | sredina kvadrata odstupanja | očekivana vrijednost srednjeg kvadrata odstupanja |
|---------|---------------------------|------------------------|-----------------------------|--|
| 0 | SSO | $p-1$ | $MSO=SSO/(p-1)$ | $\sigma_r^2 + \frac{5}{3}\sigma_{(1)}^2 + 3\sigma_{(0)}^2$ |
| 1 | SS1 | p | $MS1=SS1/p$ | $\sigma_r^2 + \frac{4}{3}\sigma_{(1)}^2$ |
| ostatak | SSe | p | $MSe=SSe/p$ | σ_r^2 |
| ukupno | SST | $3p-1$ | - | - |

4. Usporedba rezultata mjerenja

4.1. Usporedba rezultata mjerenja unutar laboratorija

Izračun kritične razlike ponovljivosti se provodi pod uvjetima ponovljivosti u jednom laboratoriju za dvije skupine mjerenja. Provodi se na način da se za prvu skupinu rezultata mjerenja n_1 izračuna aritmetička sredina \bar{y}_1 te aritmetička sredina \bar{y}_2 za drugu skupinu rezultata mjerenja n_2 . Standardno odstupanje za $(\bar{y}_1 - \bar{y}_2)$ se zatim računa prema izrazu:

$$\sigma = \sqrt{\sigma_r^2 \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2} \right)}$$

(8.9)

Kritična razlika ponovljivosti za $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$ se računa prema izrazu:

$$C_r D_r = 2,8 \sigma_r \sqrt{\left(\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2} \right)}$$

(9.1)

Granica ponovljivosti se računa kao $r = 2,8 \sigma_r$ pa je gornji izraz tada jednak:

$$C_r D_r = r \sqrt{\left(\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2} \right)}$$

(9.2)

4.2. Usporedba rezultata mjerenja između laboratorija

Izračun kritične razlike obnovljivosti se provodi pod uvjetima ponovljivosti u dva laboratorija za dvije skupine mjerenja. Provodi se na način da se za prvu skupinu rezultata mjerenja n_1 izračuna aritmetička sredina \bar{y}_1 te aritmetička sredina \bar{y}_2 za drugu skupinu rezultata mjerenja n_2 . Standardno odstupanje za $(\bar{y}_1 - \bar{y}_2)$ se zatim računa po formuli:

$$\sigma = \sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}$$

(9.3)

Kritična razlika obnovljivosti za $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$ se računa prema izrazu:

$$C_R D_R = \sqrt{(2,8\sigma_R)^2 - (2,8\sigma_r)^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}$$

(9.4)

Granica ponovljivosti se računa kao $r = 2,8\sigma_r$, dok se granica obnovljivosti računa prema $R = 2,8\sigma_R$ pa je gornji izraz tada jednak:

$$C_R D_R = \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}$$

(9.5)

4.3. Usporedba rezultata mjerenja jednog laboratorija s referentnom vrijednosti

Usporedba rezultata mjerenja se provodi na način da su rezultati mjerenja dobiveni u uvjetima ponovljivosti unutar jednog laboratorija. Laboratorij zatim izračuna aritmetičku sredinu rezultata \bar{y} koja se zatim uspoređuje s danom referentnom vrijednosti μ_0 , dok se standardno odstupanje za $(\bar{y} - \mu_0)$ izračunava formulom:

$$\sigma = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2 \left(\frac{n-1}{n}\right)}$$

(9.6)

Kritična razlika ponovljivosti za $|\bar{y}_1 - \bar{y}_2|$ se računa prema izrazu:

$$C_r D_r = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(2,8\sigma_R)^2 - (2,8\sigma_r)^2 \left(\frac{n-1}{n}\right)}$$

(9.7)

4.4. Usporedba rezultata mjerenja više laboratorija s referentnom vrijednosti

Usporedba rezultata mjerenja se provodi na način da su rezultati mjerenja dobiveni u uvjetima ponovljivosti. Nakon što je svaki laboratorij p dao rezultate testa s izračunatom aritmetičkom sredinom, pristupa se izračunu glavne srednje vrijednosti za sve laboratorije po formuli:

$$\bar{\bar{y}} = \frac{1}{p} \sum \bar{y}_i \quad (9.8)$$

Glavna srednja vrijednost $\bar{\bar{y}}$ treba biti uspoređena s referentnom vrijednošću μ_0 , tada se standardno odstupanje za $(\bar{\bar{y}} - \mu_0)$ računa po izrazu :

$$\sigma = \frac{1}{\sqrt{2p}} \sqrt{2(\sigma_L^2 + \sigma_r^2) - 2\sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{p} \sum \frac{1}{n_i}\right)} \quad (9.9)$$

Kritična razlika obnovljivosti za $|\bar{\bar{y}} - \mu_0|$ se računa prema izrazu:

$$C_R D_R = \frac{1}{\sqrt{2p}} \sqrt{(2,8\sigma_R)^2 - (2,8\sigma_r)^2 \left(1 - \frac{1}{p} \sum \frac{1}{n_i}\right)} \quad (10.1)$$

4.5. Primjer 4.

Laboratorij je imao zadatak izmjeriti debljinu lima. Lim je bio podijeljen na 12 jednakih dijelova. Bilo je potrebno izvršiti tri mjerenja na naznačenim mjestima. Rezultati mjerenja su prikazani u tablici 21. Potrebno je utvrditi:

- a) da li su rezultati mjerenja ponovljivi i obnovljivi
- b) da li su izmjereni podaci točni (istiniti), ako se zna da referentna (stvarna) debljina lima iznosi $\mu = 90$ mm.

Tablica 21. Rezultati mjerenja debljine stijenke [1]

| Mjerno mjesto | Očitana vrijednost, mm | | |
|---------------|------------------------|---------------|----------------|
| | Mjerni niz I | Mjerni niz II | Mjerni niz III |
| 1 | 88,01 | 89,56 | 89,32 |
| 2 | 89,54 | 89,89 | 89,59 |
| 3 | 90,12 | 89,68 | 89,77 |
| 4 | 90,20 | 89,73 | 89,97 |
| 5 | 90,19 | 90,91 | 90,07 |
| 6 | 89,22 | 90,86 | 90,37 |
| 7 | 89,76 | 90,63 | 90,15 |
| 8 | 90,24 | 90,04 | 90,31 |
| 9 | 90,26 | 89,92 | 89,89 |
| 10 | 90,38 | 90,24 | 90,57 |
| 11 | 89,39 | 90,25 | 90,25 |
| 12 | 89,07 | 90,83 | 90,21 |

- a) Kako bi se utvrdilo da li su rezultati ponovljivi i obnovljivi, prvo je potrebno izračunati aritmetičku sredinu mjernih nizova prema izrazu (1.5) i koja tada iznosi:

$$\bar{y}_1 = 89,698$$

Analogno tome su izračunate i preostale dvije aritmetičke sredine:

$$\bar{y}_2 = 90,212$$

$$\bar{y}_3 = 90,039$$

Sljedeći korak je izračunati standardno odstupanje za svaki mjerni niz prema izrazu (1.1) i ona redom iznose:

$$s_1 = 0,697$$

$$s_2 = 0,489$$

$$s_3 = 0,353$$

Nakon toga se izračunava varijanca ponovljivosti prema izrazu (1.8) i ona iznosi:

$$s_r^2 = 0,283$$

Kako je varijanca obnovljivosti s_R^2 jednaka izrazu (2.3), potrebno je izračunati među-laboratorijsko standardno odstupanje s_{Lj}^2 prema izrazu (1.9), pri čemu se s_{Dj}^2 računa prema izrazu (2.1) i iznosi:

$$s_D^2 = 0,819$$

Vrijednost \bar{n}_j se računa prema izrazu (2.2) i iznosi:

$$\bar{n}_j = 12$$

Nakon što su poznate vrijednosti s_{Dj}^2 i \bar{n}_j , tada se s_{Lj}^2 računa prema izrazu (1.9) i iznosi:

$$s_L^2 = 0,049$$

Za izračun varijance obnovljivosti se koristi izraz (2.5) nakon što su poznate vrijednosti s_L^2 i s_r^2 , i iznosi:

$$s_R^2 = 0,332$$

Sljedeće što je potrebno izračunati su mjerne vrijednosti ponovljivosti r i obnovljivosti R prema izrazima:

$$r = t\sqrt{2} s_r \tag{10.2}$$

$$R = t\sqrt{2} s_R \tag{10.3}$$

Potrebno je odrediti studentove faktore t za ponovljivost i obnovljivost. Oni su očitani iz tablice 22. ili se mogu odrediti u programu excel sa naredbom TINV.

Studentov faktor t za obnovljivost iznosi 4,303.

Studentov faktor t za ponovljivost iznosi 2,201.

Tablica 22. Tablica kvantila Studentove t-razdiobe [2]

| m | α | | | | | | | | | |
|----------|----------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|---------|--------|
| | 0,1 | 0,05 | 0,025 | 0,0125 | 0,01 | 0,005 | 0,0025 | 0,0015 | 0,001 | 0,0005 |
| 1 | 3,077 | 6,314 | 12,706 | 25,452 | 31,820 | 63,657 | 127,32 | 212,205 | 318,309 | 636,62 |
| 2 | 1,886 | 2,920 | 4,303 | 6,205 | 6,965 | 9,925 | 14,089 | 18,216 | 22,327 | 31,599 |
| 3 | 1,637 | 2,353 | 3,182 | 4,177 | 4,541 | 5,841 | 7,453 | 8,892 | 10,215 | 12,924 |
| 4 | 1,533 | 3,132 | 2,776 | 3,495 | 3,747 | 4,604 | 5,598 | 6,435 | 7,173 | 8,610 |
| 5 | 1,476 | 2,015 | 2,571 | 3,163 | 3,365 | 4,032 | 4,773 | 5,376 | 5,893 | 6,869 |
| 6 | 1,439 | 1,943 | 2,447 | 2,969 | 3,143 | 3,707 | 4,317 | 4,800 | 5,208 | 5,959 |
| 7 | 1,415 | 1,895 | 2,365 | 2,841 | 2,998 | 3,499 | 4,029 | 4,442 | 4,785 | 5,408 |
| 8 | 1,397 | 1,859 | 2,306 | 2,752 | 2,897 | 3,355 | 3,833 | 4,199 | 4,501 | 5,041 |
| 9 | 1,383 | 1,833 | 2,262 | 2,685 | 2,821 | 3,249 | 3,689 | 4,024 | 4,297 | 4,781 |
| 10 | 1,372 | 1,813 | 2,228 | 2,634 | 2,764 | 3,169 | 3,581 | 3,892 | 4,144 | 4,587 |
| 11 | 1,363 | 1,796 | 2,201 | 2,593 | 2,718 | 3,106 | 3,497 | 3,789 | 4,025 | 4,437 |
| 12 | 1,356 | 1,782 | 2,179 | 2,560 | 2,681 | 3,055 | 3,428 | 3,789 | 3,929 | 4,318 |
| 13 | 1,350 | 1,771 | 2,160 | 2,533 | 2,650 | 3,012 | 3,373 | 3,707 | 3,852 | 4,221 |
| 14 | 1,345 | 1,761 | 2,145 | 2,509 | 2,625 | 2,977 | 3,326 | 3,639 | 3,787 | 4,141 |
| 15 | 1,341 | 1,753 | 2,131 | 2,489 | 2,603 | 2,947 | 3,286 | 3,583 | 3,733 | 4,073 |
| 16 | 1,337 | 1,746 | 2,119 | 2,473 | 2,583 | 2,921 | 3,252 | 3,535 | 3,686 | 4,015 |
| 17 | 1,333 | 1,736 | 2,109 | 2,458 | 2,567 | 2,898 | 3,222 | 3,494 | 3,646 | 3,965 |
| 18 | 1,330 | 1,734 | 2,101 | 2,445 | 2,552 | 2,878 | 3,197 | 3,459 | 3,611 | 3,922 |
| 19 | 1,328 | 1,729 | 2,093 | 2,433 | 2,539 | 2,861 | 3,174 | 3,428 | 3,579 | 3,883 |
| 20 | 1,325 | 1,725 | 2,086 | 2,423 | 2,528 | 2,845 | 3,153 | 3,401 | 3,552 | 3,849 |
| 21 | 1,323 | 1,721 | 2,079 | 2,414 | 2,518 | 2,831 | 3,135 | 3,376 | 3,527 | 3,819 |
| 22 | 1,321 | 1,717 | 2,074 | 2,406 | 2,508 | 2,819 | 3,119 | 3,355 | 3,505 | 3,792 |
| 23 | 1,319 | 1,714 | 2,069 | 2,398 | 2,499 | 2,807 | 3,104 | 3,335 | 3,485 | 3,768 |
| 24 | 1,318 | 1,711 | 2,064 | 2,391 | 2,492 | 2,797 | 3,091 | 3,318 | 3,467 | 3,745 |
| 25 | 1,316 | 1,708 | 2,059 | 2,385 | 2,485 | 2,787 | 3,078 | 3,302 | 3,450 | 3,725 |
| 26 | 1,315 | 1,706 | 2,056 | 2,379 | 2,479 | 2,779 | 3,067 | 3,287 | 3,435 | 3,707 |
| 27 | 1,314 | 1,703 | 2,052 | 2,373 | 2,473 | 2,771 | 3,056 | 3,274 | 3,421 | 3,689 |
| 28 | 1,313 | 1,701 | 2,048 | 2,369 | 2,467 | 2,763 | 3,047 | 3,261 | 3,408 | 3,674 |
| 29 | 1,311 | 1,699 | 2,045 | 2,364 | 2,462 | 2,756 | 3,038 | 3,249 | 3,396 | 3,659 |
| 30 | 1,310 | 1,697 | 2,042 | 2,359 | 2,457 | 2,750 | 3,029 | 3,229 | 3,385 | 3,646 |
| ∞ | 1,282 | 1,645 | 1,951 | 2,241 | 2,326 | 2,576 | 2,807 | 2,968 | 3,090 | 3,291 |

Nakon što je poznat t , mjerne vrijednosti ponovljivosti r i obnovljivosti R se računaju prema izrazima (10.2) i (10.3) i iznose:

$$r = 1,655$$

$$R = 3,507$$

Naposljetku se pristupa izračunu kritičnih razlika ponovljivosti i obnovljivosti.

Kritična razlika ponovljivosti se računa prema izrazu (9.2) i iznosi:

$$C_r D_r(0,5133) = 0,4778$$

Kritična razlika obnovljivosti se računa prema izrazu (9.5) i iznosi:

$$C_R D_R(0,5133) = 3,1281$$

Zaključak je da su rezultati obnovljivi, ali nisu ponovljivi.

b) Točnost (istinitost) izmjerenih podataka će se provjeriti u sljedećem izrazu:

$$|\mu - \bar{y}| \leq 2 \sqrt{\left[s_R^2 - \left(1 - \frac{1}{n}\right) s_r^2 \right]} \quad (10.4)$$

$$0,017 \leq 0,501$$

Zaključak je se da su izmjereni podaci točni (istiniti).

5. Stabilnost rezultata tijekom vremenskog razdoblja

Kada se želi ispitati stabilnost rezultata unutar laboratorija, potrebno je provjeriti preciznost i točnost mjernih rezultata te provesti dva mjerenja na željenoj razini, na primjer za dulje vremensko razdoblje. Za procjenu stabilnosti rezultata testa koriste se:

- Shewhart kontrolni dijagram,
- kontrolni dijagram ukupne sume.

U situacijama gdje se preciznost ili točnost mijenjaju efikasnija je metoda kontrolnog dijagrama ukupne sume. Međutim, u situacijama u kojima se može dogoditi nagla promjena rezultata niti jedna metoda nema prednost izbora.

Ako se trend ili promjena pojavljuje češće u točnosti, a iznenadne promjene češće u preciznosti, kontrolni dijagram ukupne sume se koristi za provjeru točnosti, dok se Shewhart dijagram koristi za provjeru preciznosti. Međutim, isplati se koristiti obje metode paralelno za provjeru preciznosti i točnosti.

Postoje dva moguća slučaja pri provjeri stabilnosti rezultata testa unutar laboratorija:

- za rutinske rezultate testa koji se koriste za kontrolu procesa,
- za rezultate testa koji se koriste za određivanje cijene sirovog materijala i manufakturnih dobara.

5.1. Primjer 5.

U laboratoriju, koji posjeduje peć za taljenje feronikla, svaki dan se provodi kemijska analiza da bi se odredio kemijski sastav feronikl proizvoda. Za određivanje udjela nikla koristi se vlastiti referentni materijal pripremljen od strane laboratorija za određivanje stabilnosti. Da bi se provjerila stabilnost, dva testna komada referentnog materijala su analizirana svaki dan u uvjetima ponovljivosti od strane istog mjeritelja, koji koristi istu opremu i vrši mjerenje u isto vrijeme. U tablici 23. su prikazani rezultati testa, x_1 i x_2 , udjela nikla u referentnom materijalu, koji su napravljeni u uvjetima ponovljivosti i izraženi kao postotak mase.

Tablica 23. Podaci za kontrolnu kartu [1]

| Dan analize | Izmjerena vrijednost | | Raspon $w = x_1 - x_2 $ |
|-------------|----------------------|--------|-----------------------------|
| | x_1 | x_2 | |
| 1 | 47,379 | 47,333 | 0,046 |
| 2 | 47,261 | 47,148 | 0,113 |
| 3 | 47,270 | 47,195 | 0,075 |
| 4 | 47,370 | 47,287 | 0,083 |
| 5 | 47,288 | 47,284 | 0,004 |
| 6 | 47,254 | 47,247 | 0,007 |
| 7 | 47,239 | 47,160 | 0,079 |
| 8 | 47,239 | 47,193 | 0,046 |
| 9 | 47,378 | 47,354 | 0,024 |
| 10 | 47,331 | 47,267 | 0,064 |
| 11 | 47,255 | 47,278 | 0,023 |
| 12 | 47,313 | 47,255 | 0,058 |
| 13 | 47,274 | 47,167 | 0,107 |
| 14 | 47,313 | 47,205 | 0,108 |
| 15 | 47,296 | 47,231 | 0,065 |
| 16 | 47,246 | 47,247 | 0,017 |
| 17 | 47,238 | 47,253 | 0,015 |
| 18 | 47,181 | 47,255 | 0,074 |
| 19 | 47,327 | 47,240 | 0,087 |
| 20 | 47,358 | 47,308 | 0,050 |
| 21 | 47,295 | 47,133 | 0,162 |
| 22 | 47,310 | 47,244 | 0,066 |
| 23 | 47,366 | 47,293 | 0,073 |
| 24 | 47,209 | 47,185 | 0,024 |
| 25 | 47,279 | 47,268 | 0,011 |
| 26 | 47,178 | 47,200 | 0,030 |
| 27 | 47,211 | 47,193 | 0,018 |
| 28 | 47,195 | 47,216 | 0,021 |
| 29 | 47,274 | 47,252 | 0,022 |
| 30 | 47,300 | 47,212 | 0,088 |
| Suma | | | 1,660 |
| Prosjek | | | 0,0553 |

Faktori prikazani u tablici 24. su korišteni za izračun središnje linije i kontrolne granice (*UCL* i *LCL*).

Tablica 24. Faktori za izračun raspona dijagrama [1]

| Faktori za izračun središnje linije i kontrolnih granica | | | Faktori za izračun upozoravajućih granica | | |
|--|-------------------------------------|--------------------------------------|---|----------|----------|
| Broj promatranja u podgrupi | Faktor za središnju liniju d_2 | Faktor za kontrolnu granicu D_2 | Faktori za upozoravajuće granice | | |
| | | | d_3 | $D_1(2)$ | $D_2(2)$ |
| 2 | 1,128 | 3,686 | 0,853 | - | 2,834 |
| 3 | 1,693 | 4,358 | 0,888 | - | 3,469 |
| 4 | 2,059 | 4,698 | 0,880 | 0,299 | 3,819 |
| 5 | 2,326 | 4,918 | 0,864 | 0,598 | 4,054 |

Pošto je standardno odstupanje ponovljivosti, dobiveno iz rezultata testa u prošlogodišnjem kvartalu i iznosi $\sigma_r = 0,037$, prihvaćeno kao standardna vrijednost za kontrolni dijagram u ovom primjeru, kontrolni dijagram je izračunat prema :

a) Središnja linija

$$Središnja\ linija = d_2\sigma_r = 0,042 \quad (10.5)$$

b) Kontrolne granice

$$UCL = D_2\sigma_r = 0,138 \quad (10.6)$$

$$LCL = -$$

c) Upozoravajuće granice

$$UCL = D_2(2)\sigma_r = 0,106 \quad (10.7)$$

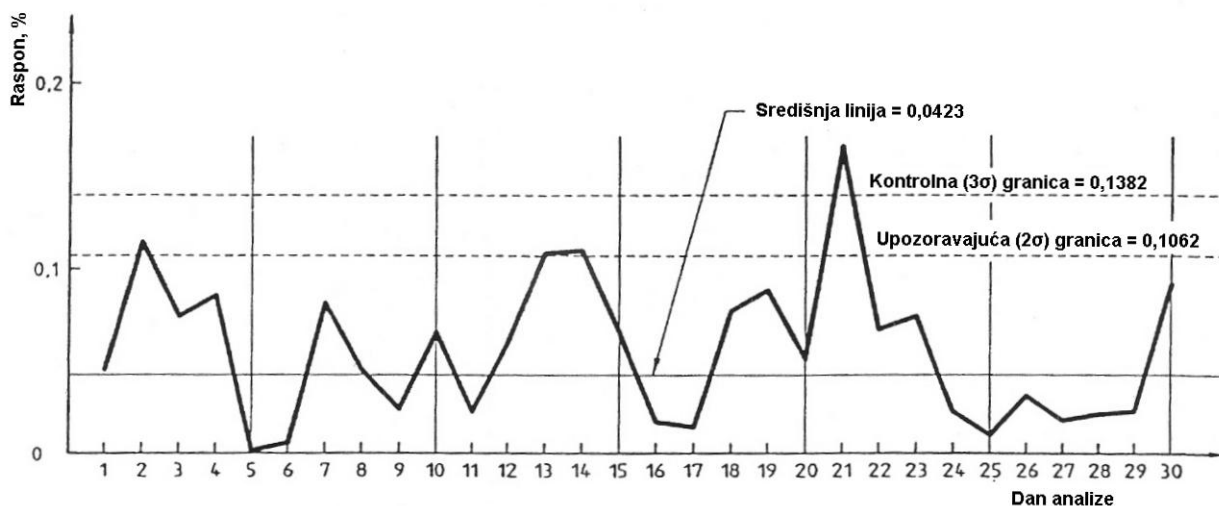
$$LCL = -$$

Unutrašnje standardno odstupanje ponovljivosti s_r se računa prema sljedećem izrazu:

$$s_r = \frac{\left(\sum_1^{30} \frac{w_i}{30}\right)}{d_2} = \frac{\bar{w}}{d_2} \quad (10.8)$$

$$s_r = 0,049$$

Na slici 4. su prikazane vrijednosti w iz tablice 23. i to po danima kad su vršene analize.



Slika 4. Udio nikla (%) u vlastitom referentnom materijalu [1]

Iz prikazanog dijagrama na slici 4. se vidi da rezultati testa nisu stabilni jer je jedna točka iznad kontrolne, a tri iznad upozoravajuće granice.

5.2. Primjer 6.

U čeličanama se mješavine ugljena isporučuju za preradu koksa iz visokih peći u koks za baterije u tri stadija proizvodnje.

Za kontrolu kvalitete proizvoda koksa, udio praha [% (m/m)] u koksu analiziran je u svakoj smjeni. U ovom primjeru se pokazuje metoda za provjeru stabilnosti rutinske analize tako da se koristi vlastiti referentni materijal (udio praha $\mu = 10,29\%$). Svaki dan je analiziran vlastiti materijal od strane jednog mjeritelja. Mjeritelj je izabran slučajnim odabirom između svih mjeritelja u 3 smjene. Rezultati testa su prikazani u tablici 25.

Tablica 25. Podaci za kontrolnu kartu [1]

| Dan analize | Rezultati testa y | Procjena sistemske greške $\hat{\delta} = y - \mu$ | pokretni raspon $w = \hat{\delta}_{i+1} - \hat{\delta}_i $ |
|-------------|------------------------|--|--|
| 1 | 10,30 | 0,01 | 0,01 |
| 2 | 10,29 | 0,00 | 0,01 |
| 3 | 10,28 | -0,01 | 0,02 |
| 4 | 10,30 | 0,01 | 0,01 |
| 5 | 10,29 | 0,00 | 0,00 |
| 6 | 10,29 | 0,00 | 0,09 |
| 7 | 10,20 | -0,09 | 0,08 |
| 8 | 10,28 | -0,01 | 0,01 |
| 9 | 10,29 | 0,00 | 0,00 |
| 10 | 10,29 | 0,00 | 0,10 |
| 11 | 10,19 | -0,10 | 0,10 |
| 12 | 10,29 | 0,00 | 0,00 |
| 13 | 10,29 | 0,00 | 0,00 |
| 14 | 10,29 | 0,00 | 0,01 |
| 15 | 10,28 | -0,01 | 0,02 |
| 16 | 10,30 | 0,01 | 0,01 |
| 17 | 10,29 | 0,00 | 0,00 |
| 18 | 10,29 | 0,00 | 0,01 |
| 19 | 10,28 | -0,01 | 0,00 |
| 20 | 10,28 | -0,01 | 0,00 |
| 21 | 10,28 | -0,01 | 0,03 |
| 22 | 10,31 | 0,02 | 0,12 |
| 23 | 10,19 | -0,01 | 0,10 |
| 24 | 10,29 | 0,00 | 0,07 |
| 25 | 10,36 | 0,07 | 0,00 |
| 26 | 10,36 | 0,07 | 0,07 |
| 27 | 10,29 | 0,00 | 0,01 |
| 28 | 10,30 | 0,01 | 0,02 |
| 29 | 10,28 | -0,01 | 0,09 |
| 30 | 10,19 | -0,10 | |
| Ukupno | 308,44 | -0,26 | 0,99 |
| Prosjek | | -0,086 | 0,034 |

Primjenom Stewhart kontrolnog dijagrama na podatke u tablici 25., provjerena je stabilnost rutinske analize i ocijenjena je značajnost sustavne pogreške. Rutinska analiza, provedena u uvjetima gdje su vrijeme, mjeritelj i srednja preciznost različiti, standardno odstupanje ponovljivosti s_r ne upotrebljava se za provjeru sustavne pogreške unutar određenog laboratorija. Iz tog razloga s_r ne predstavlja stvarnu preciznost rezultata testa dobivenih u laboratoriju.

Karta s pokretnim rasponom³ je jednostavnija metoda koja se primjenjuje kada je ograničena vrijednost dobivanja podataka ili zbog tehnološke prirode procesa nije moguće uzeti više od jednog podatka u uzorku.

Iz rezultata testa od prošlogodišnjeg kvartala je korišteno standardno odstupanje koje iznosi $\sigma_{I(TO)} = 0,06645$ i udio praha u vlastitom materijalu $\mu = 10,29$.

Izračun podataka za Stewhart kontrolni dijagram glasi:

a) Središnja linija

$$\text{Središnja linija} = 0$$

b) Kontrolne granice

$$UCL = +3\sigma_{I(TO)} = 0,1994 \tag{10.9}$$

$$LCL = -3\sigma_{I(TO)} = -0,1994 \tag{11.1}$$

c) Upozoravajuće granice

$$UCL = +2\sigma_{I(TO)} = 0,1329 \tag{11.1}$$

$$LCL = -2\sigma_{I(TO)} = -0,1329 \tag{11.2}$$

³ Karta s pokretnim rasponom (prijevod engleskog pojma moving range chart)

Izračun podataka za kartu s pokretnim rasponom, gdje su vrijednosti d_2 , D_2 i $D_2(2)$ preuzete iz tablice 23., glasi :

a) Središnja linija

$$\text{Središnja linija} = d_2 \sigma_{I(TO)} = 0,075 \quad (11.3)$$

b) Kontrolne granice

$$UCL = D_2 \sigma_{I(TO)} = 0,245 \quad (11.4)$$

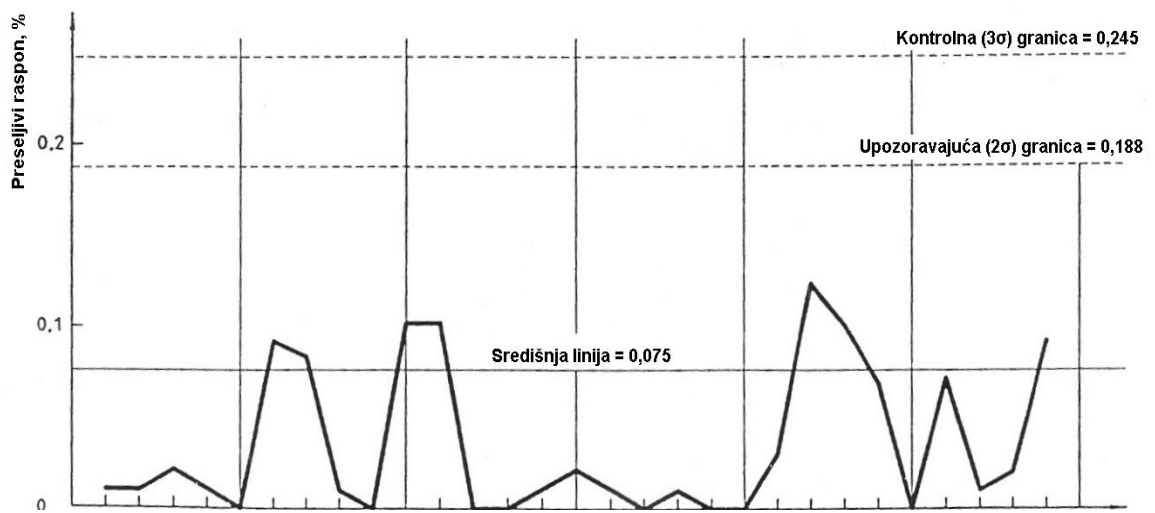
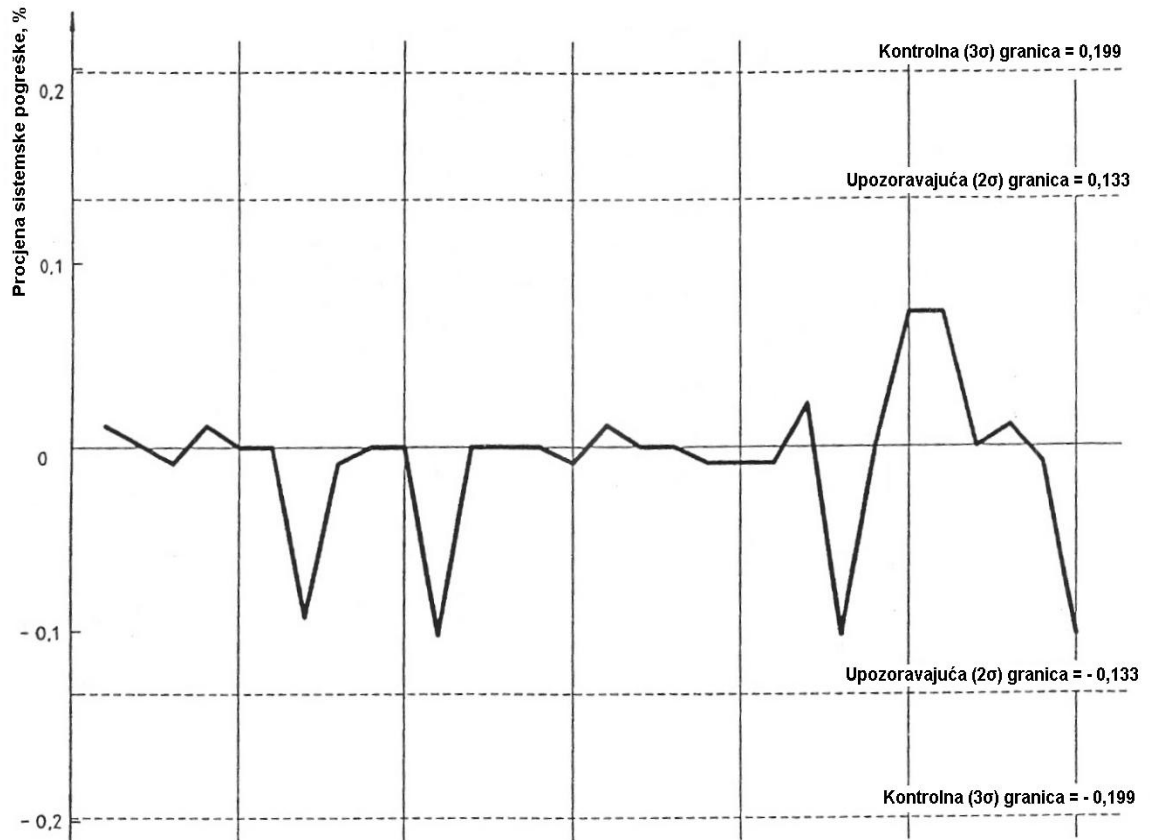
$$LCL = -$$

c) Upozoravajuće granice

$$UCL = D_2(2) \sigma_{I(TO)} = 0,1883 \quad (11.5)$$

$$LCL = -$$

Na gornjem dijelu slike 5. prikazan je Stewhart kontrolni dijagram, a dolje je prikazana karta s pokretnim rasponom.



Slika 5. Stewhart kontrolni dijagram i karta s pokretnim rasponom za $\hat{\delta}$ [1]

Zaključak na temelju slike 5. je da su rezultati testa stabilni jer niti jedna točka ne prelazi kontrolnu granicu, a iz razloga što niti jedna točka ne prelazi upozoravajuću granicu nema razloga za zabrinutost.

Provjera stabilnosti se može izvršiti i pomoću kontrolnog dijagrama ukupne sume, prikazanog na slici 6., tako da se izračunaju H i K , poznavajući $h = 4,79$ i $k = 0,5$ prema izrazima:

a) Gornja granica

$$H = h\sigma_{I(TO)} \quad (11.6)$$

$$H = 0,318$$

$$K_1 = \mu + k\sigma_{I(TO)} \quad (11.7)$$

$$K_1 = 10,323$$

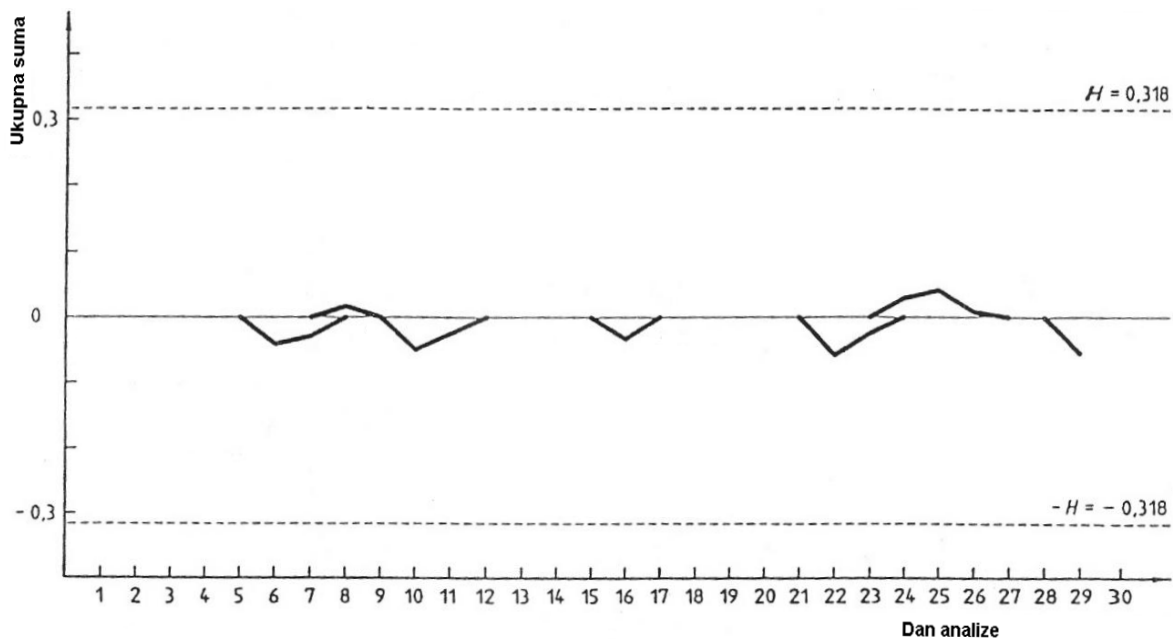
b) Donja granica

$$-H = -h\sigma_{I(TO)} \quad (11.8)$$

$$-H = -0,318$$

$$K_2 = \mu - k\sigma_{I(TO)} \quad (11.9)$$

$$K_2 = 10,257$$



Slika 6. Kontrolni dijagram ukupne sume za $\hat{\delta}$ za udio pepela u vlastitom *RM* [1]

5.3. Primjer 7.

Mjerenje debljine sloja prevlake na vertikalnoj ploči profila se provelo sukladno normi HRN EN ISO 2808, pri čemu se pristupilo obaveznoj kontroli mokrog filma boje kako bi aplikacija bila korektna. Po završetku sušenja pristupilo se kontroli suhog filma boje.

Kontrolu filma su izvršila 4 mjeritelja te su od izmjerenih rezultata mjerenja izračunata standardna odstupanja i aritmetičke sredine debljine premaza, kako je prikazano u tablici 26. U tablici 27. su prikazani rezultati mjeritelja I i II, dok su rezultati mjeritelja III i IV nepoznati, ali su poznate vrijednosti prikazane u tablici 26.

Tablica 26. Rezultati mjerenja debljine prevlake [3]

| Mjeritelj | Broj mjerenja | Maksimalna vrijednost debljine premaza, μm | Minimalna vrijednost debljine premaza, μm | Aritmetička sredina debljine premaza, μm | Standardno odstupanje, μm |
|-----------|---------------|---|--|---|--------------------------------------|
| I | 100 | 346 | 120 | 203,2 | 42,3 |
| II | 100 | 303 | 128 | 195,5 | 42,4 |
| III | 100 | 632 | 113 | 268 | 104,1 |
| IV | 100 | 332 | 108 | 199 | 46,1 |

Potrebno je odrediti :

- da li su rezultati nekog mjerenja gruba pogreška,
- da li su rezultati mjerenja ponovljivi i obnovljivi.

Tablica 27. Rezultati mjerenja [3]

| | Mjeritelj I | | | | Mjeritelj II | | | |
|--|--------------------|-----|-----|-----|--------------|-----|-----|-----|
| | Rezultati mjerenja | 186 | 200 | 194 | 180 | 175 | 192 | 160 |
| | 120 | 166 | 208 | 146 | 177 | 158 | 128 | 172 |
| | 190 | 224 | 206 | 198 | 220 | 213 | 179 | 193 |
| | 216 | 248 | 192 | 192 | 205 | 197 | 158 | 167 |
| | 172 | 196 | 190 | 182 | 159 | 186 | 165 | 227 |
| | 192 | 176 | 192 | 174 | 245 | 206 | 183 | 161 |
| | 238 | 320 | 346 | 238 | 205 | 272 | 264 | 249 |
| | 298 | 306 | 238 | 206 | 291 | 290 | 243 | 300 |
| | 210 | 200 | 308 | 280 | 274 | 262 | 244 | 194 |
| | 208 | 172 | 152 | 142 | 203 | 219 | 284 | 303 |
| | 142 | 166 | 138 | 168 | 193 | 173 | 133 | 174 |
| | 208 | 254 | 202 | 174 | 151 | 166 | 135 | 147 |
| | 164 | 170 | 162 | 150 | 160 | 220 | 188 | 170 |
| | 172 | 162 | 242 | 242 | 148 | 151 | 141 | 148 |
| | 250 | 264 | 198 | 182 | 155 | 185 | 194 | 258 |
| | 178 | 176 | 182 | 216 | 252 | 243 | 206 | 230 |
| | 250 | 250 | 180 | 210 | 186 | 172 | 196 | 174 |
| | 216 | 196 | 194 | 176 | 159 | 206 | 192 | 167 |
| | 182 | 182 | 210 | 168 | 195 | 176 | 164 | 143 |
| | 220 | 200 | 178 | 174 | 167 | 146 | 180 | 167 |
| | 192 | 214 | 220 | 220 | 184 | 201 | 218 | 194 |
| | 156 | 240 | 256 | 210 | 173 | 163 | 187 | 134 |
| | 224 | 196 | 170 | 164 | 193 | 248 | 221 | 201 |
| | 188 | 256 | 128 | 190 | 185 | 184 | 168 | 133 |
| | 190 | 198 | 270 | 290 | 173 | 233 | 260 | 294 |

a) Za određivanje grubih pogrešaka najprije se primjenjuje Cochranov test, a zatim Grubbsov test kako slijedi:

Cochranov test

Cochranova statistička vrijednost je izračunata prema izrazu (1.7) i iznosi:

$$C = 0,655$$

Na razini značajnosti od 1% uočljivo je da vrijednost $C = 0,6548$ prelazi kritičnu vrijednost $C = 0,4606$. Zaključak je da je standardno odstupanje rezultata mjerenja od strane mjeritelja III rezultat grube pogreške, jer se bitno razlikuje od ostalih standardnih odstupanja te se rezultati mjeritelja III odbacuju i ne uključuju u daljnje izračune.

Ponovno se pristupa Cochranovom testu prema izrazu (1.7) i C sada iznosi:

$$C = 0,372$$

Nakon što je mjeritelj III isključen iz daljnjih kalkulacija, uočava se da rezultat Cochranovog testa $C = 0,372$ na razini značajnosti od 1% ne prelazi kritičnu vrijednost $C = 0,4606$ te je zaključak da su rezultati preostalih 3 mjeritelja prihvatljivi.

Grubbsov test

- Jedno najmanje promatranje:

Grubbsove statistike testa se računaju za sva 4 mjeritelja prema izrazu (2.7) i rezultati su prikazani u tablici 28.

Tablica 28. Rezultati Grubbsovog testa

| Grubbsova stat. vrijednost | Mjeritelj | | | |
|-------------------------------|-----------|------|------|------|
| | I | II | III | IV |
| G_1 | 1,967 | 1,59 | 1,49 | 1,97 |

U skladu s tablicom 9. uočljivo je da niti jedna vrijednost Grubbsovog testa nije prošla kritičnu vrijednost $G = 3,38$ na razini značajnosti od 5 % te je zaključak da grubih pogrešaka nema.

- Jedno najveće promatranje

Kao i kod jednostranog najmanjeg promatranja, Grubbsove statistike testa će se izračunati za sva 4 mjeritelja prema izrazu (2.4) i rezultati su prikazani u tablici 29.

Tablica 29. Rezultati Grubbsovog testa

| Grubbsova stat. vrijednost | Mjeritelj | | | |
|-------------------------------|-----------|------|---------|------|
| | I | II | III | IV |
| G_p | 3,37 | 2,54 | 3,496** | 2,88 |

U skladu s tablicom 9. uočljivo je da je vrijednost G_p mjeritelja III prošla kritičnu vrijednost $G = 3,38$ na razini značajnosti od 5 %, što pokazuje da je taj rezultat gruba pogreška.

- Dvostruko najmanje promatranje

Budući da rezultati mjerenja za mjeritelje III i IV nisu poznati, u ovom testu se radi izračun samo za mjeritelje I i II.

Mjeritelj I:

Srednja vrijednost rezultata mjerenja se izračunava prema izrazu (3.2), ali na način da u račun ne ulaze dvije najmanje vrijednosti. Srednja vrijednost rezultata mjerenja tada iznosi:

$$\bar{x}_{1,2} = 204,84$$

Nakon toga se pristupa izračunu $s_{1,2}^2$, tako da u račun ne ulaze dvije najmanje vrijednosti, prema izrazu (3.4) i $s_{1,2}^2$ tada iznosi:

$$s_{1,2}^2 = 164415,39$$

Varijanca s_0^2 je izračunata prema izrazu (2.9), ali tako da u račun ulaze i dvije najmanje vrijednosti, koja tada iznosi:

$$s_0^2 = 177255,16$$

Nakon toga se izračunava Grubbsova statistika testa prema izrazu (3.3) koja iznosi:

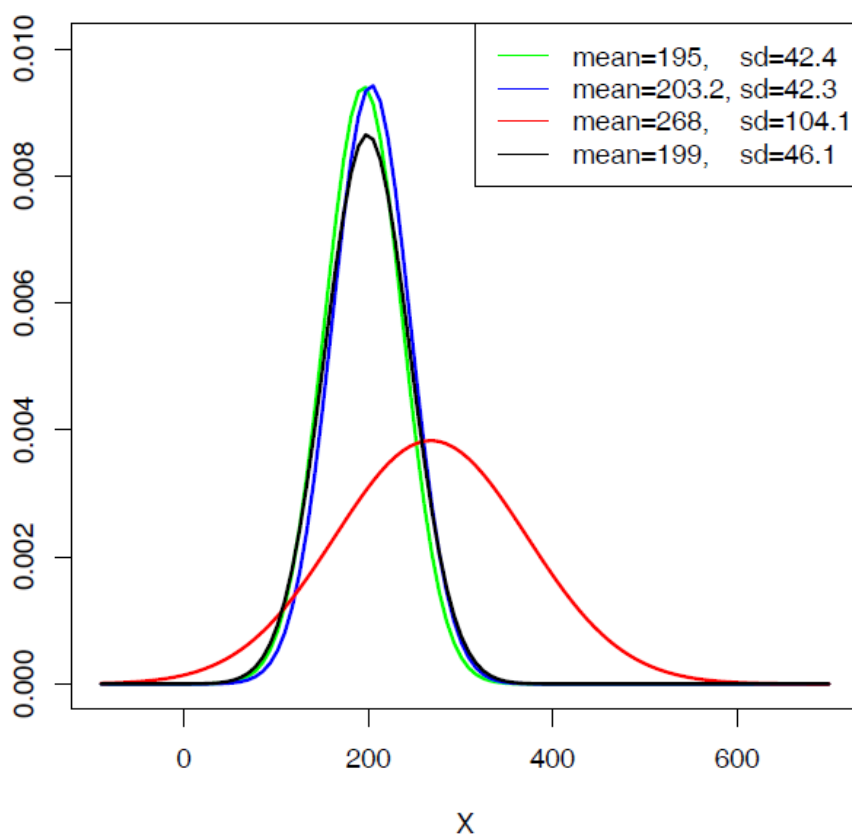
$$G = 0,927$$

Analogno postupku za mjeritelja I, Grubbsova vrijednost za mjeritelja II iznosi:

$$G = 0,952$$

U skladu s tablicom 9. uočljivo je da su vrijednosti Grubbsovog testa $G = 0,927$ i $G = 0,952$ manje od kritične vrijednosti $G = 0,985$ na razini značajnosti od 5%, a veće od kritične vrijednosti $G = 0,926$ na razini značajnosti od 1% te se zaključuje da su to potencijalne pogreške.

Na slici 7. je prikazana razdioba podataka mjernih rezultata dobivenih od strane 4 mjeritelja. Razdioba podataka je napravljena pomoću *R* programa. Kao što se može uočiti sa slike, podaci mjeritelja III ne pripadaju istom osnovnom skupu i iz tog razloga rezultati mjeritelja III ne ulaze u daljnje računanje.



Slika 7. Prikaz razdiobe mjernih rezultata

b) Kako bi se moglo utvrditi da li su rezultati mjerenja ponovljivi i obnovljivi računaju se varijance ponovljivosti i obnovljivosti. Varijanca ponovljivosti se računa prema izrazu (2.1) i iznosi:

$$s_r^2 = 1,904 \cdot 10^{-3}$$

Kako je varijanca obnovljivosti s_R^2 jednaka izrazu (2.3), potrebno je izračunati među-laboratorijsko standardno odstupanje s_{Lj}^2 prema izrazu (1.9), pri čemu se s_{Dj}^2 i \bar{n}_j računaju prema izrazima (2.1) i (2.2) i iznose:

$$s_{Dj}^2 = 1681,33$$

$$\bar{n}_j = 100$$

Prema izrazu (1.9), s_{Lj}^2 iznosi:

$$s_{Lj}^2 = 16,813$$

Varijanca obnovljivosti je prema izrazu (2.3) jednaka:

$$s_R^2 = 16,815$$

Iz tablice 22. su očitani studentovi t faktori i oni iznose:

Studentov faktor t za ponovljivost iznosi 1,951.

Studentov faktor t za obnovljivost iznosi 4,303.

Prema izrazima (10.2) i (10.3) mjerne vrijednosti ponovljivosti i obnovljivosti iznose:

$$r = 0,120$$

$$R = 24,948$$

Kritična razlika ponovljivosti se računa prema izrazu (9.2) i iznosi:

$$C_r D_r(8,2) = 0,012$$

Kritična razlika obnovljivosti se računa prema izrazu (9.5) i iznosi:

$$C_R D_R(8,2) = 24,947$$

Rezultati mjerenja su obnovljivi, ali nisu ponovljivi.

5.4. Primjer 8.

Originalni podaci dobiveni iz jedanaest različitih laboratorija su prikazani u tablici 30. Svaki stupac u tablici sadrži podatke od svih laboratorija za određenu razinu ispitivanja materijala, a svaki redak u tablici sadrži podatke laboratorija na svim razinama ispitivanja.

Potrebno je :

- a) primijeniti Cochranov test
- b) primijeniti Grubbsov test
- c) primijeniti Mandelin test
- d) izračunati kritične razlike ponovljivosti i obnovljivosti

Tablica 30. Originalni rezultati mjerenja 11 laboratorija [4]

| Laboratorij | | Razina 1 | Razina 2 | Razina 3 | Razina 4 | Razina 5 | Razina 6 |
|-------------|--------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| Lab 1 | test 1 | 3,52 | 4,65 | 7,51 | 9,78 | 12,55 | 15,11 |
| | test 2 | 3,57 | 4,83 | 7,32 | 9,09 | 11,67 | 16,29 |
| Lab 2 | test 1 | 3,55 | 4,24 | 6,55 | 8,96 | 11,98 | 15,65 |
| | test 2 | 3,54 | 4,12 | 6,58 | 8,49 | 11,19 | 14,52 |
| Lab 3 | test 1 | 3,73 | 4,82 | 7,11 | 9,67 | 12,42 | 15,91 |
| | test 2 | 3,66 | 4,57 | 7,06 | 9,78 | 12,37 | 16,04 |
| Lab 4 | test 1 | 2,99 | 4,29 | 6,57 | 7,80 | 9,76 | 13,64 |
| | test 2 | 3,12 | 5,54 | 7,17 | 8,79 | 11,31 | 14,62 |
| Lab 5 | test 1 | 3,29 | 4,85 | 6,28 | 8,91 | 10,90 | 14,19 |
| | test 2 | 3,11 | 4,49 | 6,67 | 8,93 | 11,07 | 15,34 |
| Lab 6 | test 1 | 3,56 | 4,44 | 7,54 | 10,10 | 12,71 | 15,64 |
| | test 2 | 3,44 | 4,81 | 7,48 | 9,14 | 11,56 | 15,25 |
| Lab 7 | test 1 | 4,04 | 4,86 | 7,55 | 9,76 | 12,61 | 16,18 |
| | test 2 | 3,95 | 4,86 | 7,18 | 9,74 | 12,73 | 16,24 |
| Lab 8 | test 1 | 3,45 | 4,77 | 7,25 | 9,10 | 12,16 | 15,28 |
| | test 2 | 3,48 | 4,37 | 6,94 | 8,75 | 11,55 | 15,66 |
| Lab 9 | test 1 | 3,63 | 4,62 | 6,59 | 8,89 | 11,63 | 13,89 |
| | test 2 | 3,39 | 4,37 | 6,84 | 8,54 | 11,09 | 14,27 |
| Lab 10 | test 1 | 3,56 | 4,54 | 7,22 | 9,17 | 11,83 | 14,33 |
| | test 2 | 3,51 | 4,60 | 6,77 | 9,19 | 11,67 | 14,82 |
| Lab 11 | test 1 | 3,31 | 3,79 | 7,06 | 8,86 | 13,00 | 15,26 |
| | test 2 | 3,22 | 3,87 | 6,64 | 9,22 | 11,89 | 15,37 |

U tablici 31. su prikazane su izračunate srednje vrijednosti rezultata mjerenja.

Tablica 31. Srednja vrijednost rezultata mjerenja [4]

| Laboratorij | \bar{y} | | | | | |
|-------------|-----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| | Razina 1 | Razina 2 | Razina 3 | Razina 4 | Razina 5 | Razina 6 |
| Lab 1 | 3,545 | 4,740 | 7,415 | 9,435 | 12,110 | 15,700 |
| Lab 2 | 3,545 | 4,180 | 6,565 | 8,725 | 11,585 | 15,085 |
| Lab 3 | 3,695 | 4,695 | 7,085 | 9,725 | 12,395 | 15,975 |
| Lab 4 | 3,055 | 4,915 | 6,870 | 8,295 | 10,535 | 14,130 |
| Lab 5 | 3,200 | 4,670 | 6,475 | 8,920 | 10,985 | 14,765 |
| Lab 6 | 3,500 | 4,625 | 7,510 | 9,620 | 12,135 | 15,445 |
| Lab 7 | 3,995 | 4,860 | 7,365 | 9,750 | 12,670 | 16,210 |
| Lab 8 | 3,465 | 4,570 | 7,095 | 8,925 | 11,855 | 15,470 |
| Lab 9 | 3,510 | 4,495 | 6,715 | 8,715 | 11,360 | 14,080 |
| Lab 10 | 3,535 | 4,570 | 6,995 | 9,180 | 11,750 | 14,575 |
| Lab 11 | 3,265 | 3,830 | 6,850 | 9,040 | 12,445 | 15,315 |

Standardna odstupanja za svaki laboratorij su izračunata i prikazana u tablici 32.

Tablica 32. Izračunate vrijednosti standardnih odstupanja [4]

| Laboratorij | s | | | | | |
|-------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| | Razina 1 | Razina 2 | Razina 3 | Razina 4 | Razina 5 | Razina 6 |
| Lab 1 | 0,035 | 0,127 | 0,134 | 0,488 | 0,622 | 0,834 |
| Lab 2 | 0,007 | 0,085 | 0,021 | 0,332 | 0,559 | 0,799 |
| Lab 3 | 0,049 | 0,177 | 0,035 | 0,078 | 0,035 | 0,092 |
| Lab 4 | 0,092 | 0,884 | 0,424 | 0,700 | 1,096 | 0,693 |
| Lab 5 | 0,127 | 0,255 | 0,276 | 0,014 | 0,120 | 0,813 |
| Lab 6 | 0,085 | 0,262 | 0,042 | 0,679 | 0,813 | 0,276 |
| Lab 7 | 0,064 | 0,000 | 0,262 | 0,014 | 0,085 | 0,042 |
| Lab 8 | 0,021 | 0,283 | 0,219 | 0,247 | 0,431 | 0,269 |
| Lab 9 | 0,170 | 0,177 | 0,177 | 0,247 | 0,382 | 0,269 |
| Lab 10 | 0,035 | 0,042 | 0,318 | 0,014 | 0,113 | 0,346 |
| Lab 11 | 0,064 | 0,057 | 0,297 | 0,255 | 0,785 | 0,078 |

Standardno odstupanje za laboratorij 1 se računa prema izrazu (1.1) i iznosi:

$$s_1 = 0,035$$

Srednja vrijednost \bar{y}_1 se računa prema izrazu (1.5) i iznosi:

$$\bar{y}_1 = 3,545$$

Analogno postupcima za izračun standardnog odstupanja za razinu 1, računaju se standardna odstupanja za preostale razine ispitivanja.

a) Cochranov test

Cochranova statistička vrijednost se računa prema izrazu (1.7) i rezultati su prikazani u tablici 33.

Tablica 33. Izračunate Cochranove vrijednosti

| Cochranova stat. vrijednost | Razina ispitivanja | | | | | |
|--------------------------------|--------------------|---------|-------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| C | 0,389 | 0,719** | 0,292 | 0,328 | 0,338 | 0,245 |

Dobivene vrijednosti su uspoređene s kritičnim Cochranovim vrijednostima u tablici 4. Kritična vrijednost na razini značajnosti od 5 % iznosi $C = 0,570$, dok na razini značajnosti od 1% iznosi $C = 0,684$. Uočava se da je Cochranova vrijednost na razini ispitivanja 2 prošla kritičnu vrijednost $C = 0,684$ na razini značajnosti od 1 %. Cochranov test se ponavlja, ali će se iz računa isključiti laboratorij 4 jer su njegovi rezultati gruba pogreška. Cochranova vrijednost tada iznosi $C = 0,263$, što je zadovoljavajuće.

b) Grubbsov test

- Jedno najmanje promatranje

Grubbsov statistički test za razinu ispitivanja 1 se računa prema izrazu (2.7), gdje je x_1 najmanja vrijednost za razinu 1, i iznosi:

$$G_1 = 1,7$$

U tablici 34. su prikazane izračunate vrijednosti za preostale razine ispitivanja.

Tablica 34. Izračunate Grubbsove vrijednosti

| Grubbsova stat. vrijednost | Razina ispitivanja | | | | | |
|-------------------------------|--------------------|------|------|------|------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| G_1 | 1,7 | 2,34 | 1,53 | 1,76 | 1,95 | 1,53 |

U skladu s tablicom 9. uočljivo je da niti jedna vrijednost nije prošla kritične vrijednosti $G = 2,564$ za razinu značajnosti od 1% i $G = 2,355$ za razinu značajnosti od 5%, stoga grubih i potencijalnih pogrešaka nema.

- Jedno najveće promatranje

Grubbsov statistički test za razinu ispitivanja 1 se računa prema izrazu (2.4), gdje je x_p najveća vrijednost za razinu 1, i iznosi:

$$G_p = 2,04$$

U tablici 35. su prikazane izračunate vrijednosti za preostale razine ispitivanja.

Tablica 35. Izračunate Grubbsove vrijednosti

| Grubbsova stat. vrijednost | Razina ispitivanja | | | | | |
|-------------------------------|--------------------|------|------|------|------|------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| G_p | 2,04 | 1,15 | 1,51 | 1,34 | 1,33 | 1,44 |

U skladu s tablicom 9. uočljivo je da niti jedna vrijednost nije prošla kritičnu vrijednost $G = 2,564$ za razinu značajnosti od 1% i $G = 2,355$ za razinu značajnosti od 5%, stoga grubih i potencijalnih pogrešaka nema.

- Dvostruko najmanje promatranje

Za izračun Grubbsove statističke vrijednosti G potrebno je izračunati $s_{1,2}^2$ prema izrazu (3.4) s time da u račun ne ulaze dvije najmanje vrijednosti. Tada $s_{1,2}^2$ iznosi:

$$s_{1,2}^2 = 0,311$$

Zatim se G računa prema izrazu (3.3) i iznosi:

$$G = 0,493$$

U tablici 36. su prikazane izračunate vrijednosti za preostale razine ispitivanja.

Tablica 36. Izračunate Grubbsove vrijednosti

| Grubbsova stat. vrijednost | Razina ispitivanja | | | | | |
|-------------------------------|--------------------|--------|-------|-------|--------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| G | 0,493 | 0,158* | 0,525 | 0,538 | 0,3506 | 0,455 |

U skladu s tablicom 9. uočljivo je da je vrijednost 0,158 veća od kritične vrijednosti 0,1448 za razinu značajnosti od 1%, ali manja od 0,2213 za razinu značajnosti od 5%, stoga se to ispitivanje smatra kao potencijalna pogreška.

- Dvostruko najveće promatranje

Grubbsov statistički test za razinu ispitivanja 1 se računa prema izrazu (2.8). Za izračun Grubbsove statističke vrijednosti G potrebno je najprije izračunati $s^2_{p-1,p}$ prema izrazu (3.1). Tada $s^2_{p-1,p}$ iznosi:

$$s^2_{p-1,p} = 0,264$$

Prilikom računanja standardnog odstupanja $s^2_{p-1,p}$, u račun ne ulaze dvije najveće vrijednosti. Srednja vrijednost koja se nalazi u formuli također je dobivena na način da u račun nisu uključene dvije najveće vrijednosti.

Sada prema izrazu (2.8) G iznosi:

$$G = 0,419$$

U tablici 37. su prikazane izračunate vrijednosti za preostale razine ispitivanja.

Tablica 37. Izračunate Grubbsove vrijednosti

| Grubbsova stat. vrijednost | Razina ispitivanja | | | | | |
|-------------------------------|--------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| G | 0,419 | 0,725 | 0,537 | 0,577 | 0,665 | 0,567 |

U skladu s tablicom 9. uočljivo je da su sve vrijednosti veće od kritične vrijednosti 0,158 za razinu značajnosti od 5% i od kritične vrijednosti 0,1448 za razinu značajnosti od 1%, stoga grubih i potencijalnih pogrešaka nema.

c) Mandelin test

- Mandelin k-test

Mandelin k-test se provodi prema izrazu (1.3).

Vrijednosti standardnog odstupanja unutar laboratorija, koja su potrebna za izračun, nalaze se u tablici 32. Standardno odstupanje ponovljivosti za određenu razinu mjerenja se računa prema izrazu (1.2).

Prema gore navednim izrazima izračunate vrijednosti k i s_r za laboratorij 1 na razini 1 iznose:

$$s_r = 0,082$$

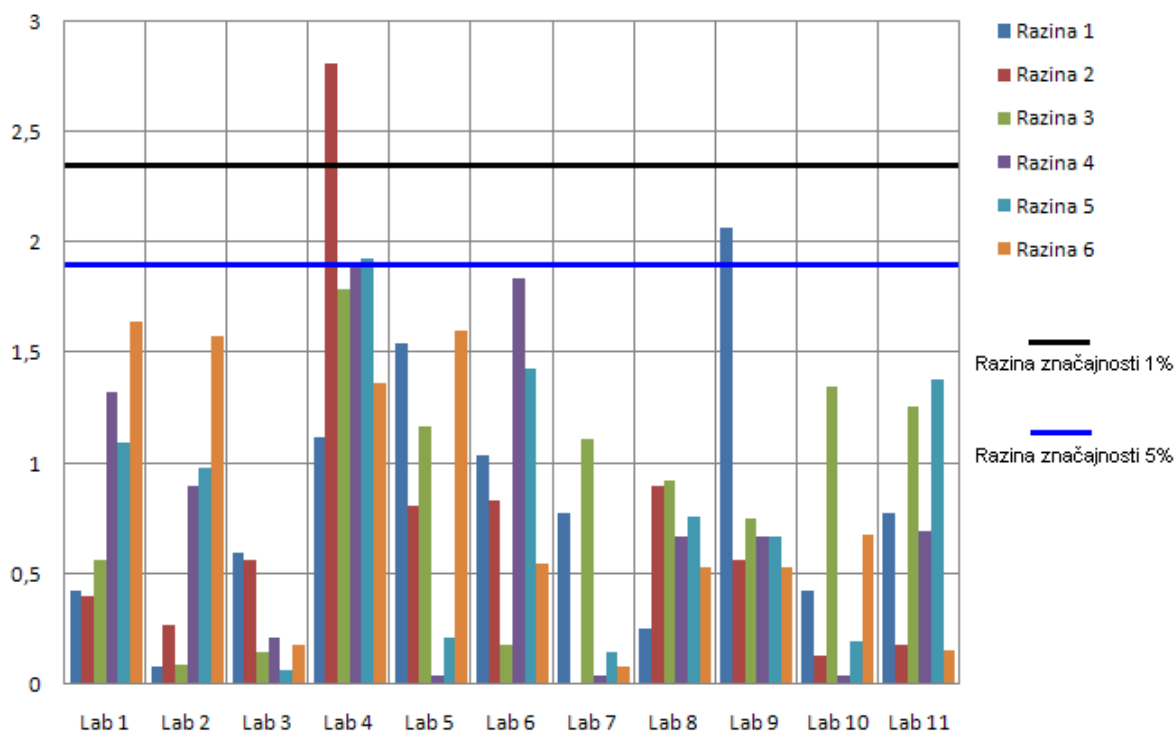
$$k = 0,426$$

U tablici 38. su prikazane preostale izračunate Mandeline k vrijednosti za svih 11 laboratorija na 6 razina.

Tablica 38. Rezultati Mandeline k vrijednosti za sve laboratorije [4]

| k | Laboratoriji | | | | | | | | | | |
|--------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Razina | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| 1 | 0,426 | 0,085 | 0,596 | 1,119 | 1,545 | 1,034 | 0,779 | 0,255 | 2,069 | 0,426 | 0,779 |
| 2 | 0,404 | 0,270 | 0,563 | 2,813 | 0,811 | 0,834 | 0 | 0,901 | 0,563 | 0,134 | 0,181 |
| 3 | 0,567 | 0,088 | 0,148 | 1,793 | 1,167 | 0,177 | 1,108 | 0,926 | 0,748 | 1,345 | 1,256 |
| 4 | 1,324 | 0,901 | 0,212 | 1,9 | 0,038 | 1,843 | 0,038 | 0,670 | 0,670 | 0,038 | 0,692 |
| 5 | 1,096 | 0,985 | 0,062 | 1,931 | 0,211 | 1,432 | 0,149 | 0,759 | 0,673 | 0,199 | 1,383 |
| 6 | 1,644 | 1,575 | 0,181 | 1,366 | 1,602 | 0,544 | 0,083 | 0,530 | 0,530 | 0,682 | 0,154 |

Na slici 8. su grafički prikazani rezultati Mandelinog k -testa svih laboratorija s podacima iz tablice 38.



Slika 8. Grafički prikaz Mandelinog k -testa [4]

Sa slike 8. se uočava da je laboratorij 4 na razini ispitivanja 2 prošao kritičnu vrijednost razine značajnosti od 1%, stoga se ta vrijednost smatra grubom pogreškom.

- Mandelin h-test

Mandelin h-test se provodi prema izrazu (1.4) u kojem se vrijednosti \bar{y}_{ij} i $\bar{\bar{y}}_j$ računaju prema izrazima (1.5) i (1.6).

Za laboratorij 1 na razini 1 u skladu s navedenim izrazima $\bar{\bar{y}}_j$ i h iznose:

$$\bar{\bar{y}}_j = 3,483$$

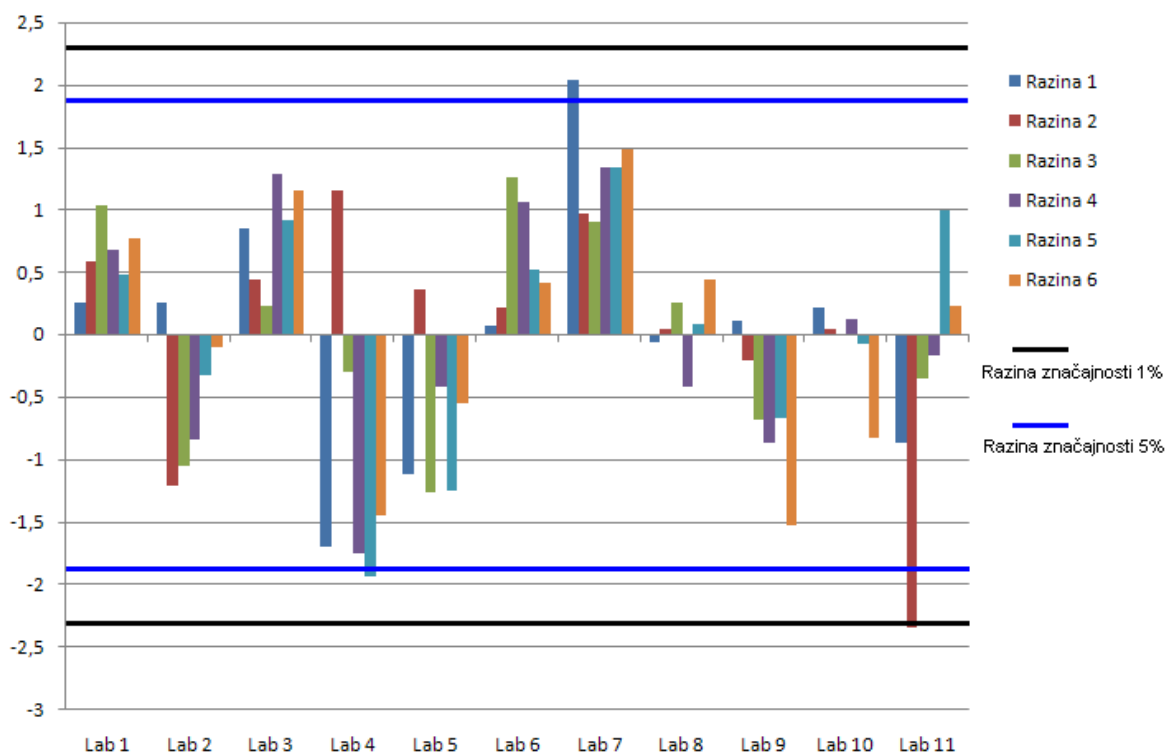
$$h = 0,248$$

Analogno ovom postupku, vrijednosti h se izračunavaju za preostale laboratorije na 6 razina. Izračunate vrijednosti su prikazane u tablici 39.

Tablica 39. Rezultati Mandeline h vrijednosti za sve laboratorije [4]

| Laboratorij | h | | | | | |
|-------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| | Razina 1 | Razina 2 | Razina 3 | Razina 4 | Razina 5 | Razina 6 |
| Lab 1 | 0,248 | 0,583 | 1,028 | 0,669 | 0,472 | 0,766 |
| Lab 2 | 0,248 | -1,221 | -1,051 | -0,844 | -0,333 | -0,105 |
| Lab 3 | 0,846 | 0,437 | 0,221 | 1,287 | 0,909 | 1,155 |
| Lab 4 | -1,704 | 1,146 | -0,304 | -1,761 | -1,945 | -1,457 |
| Lab 5 | -1,127 | 0,357 | -1,271 | -0,428 | -1,254 | -0,558 |
| Lab 6 | 0,069 | 0,212 | 1,261 | 1,064 | 0,511 | 0,405 |
| Lab 7 | 2,042 | 0,968 | 0,906 | 1,341 | 1,332 | 1,487 |
| Lab 8 | -0,07 | 0,035 | 0,246 | -0,417 | 0,081 | 0,440 |
| Lab 9 | 0,108 | -0,206 | -0,684 | -0,865 | -0,678 | -1,527 |
| Lab 10 | 0,208 | 0,035 | 0,001 | 0,126 | -0,080 | -0,827 |
| Lab 11 | -0,867 | -2,347 | -0,354 | -0,172 | 0,986 | 0,221 |

Na slici 9. su grafički prikazani rezultati Mandelinog h -testa svih laboratorija s podacima iz tablice 39.



Slika 9. Grafički prikaz Mandelinog h -testa [4]

Sa slike 9. se uočava da je laboratorij 11 na razini ispitivanja 2 prošao kritičnu vrijednost razine značajnosti od 1%, stoga se smatra grubom pogreškom.

d) Kritične razlike ponovljivosti i obnovljivosti

Cilj je utvrditi da li su rezultati obnovljivi i ponovljivi. Izračun kritičnih razlika ponovljivosti i obnovljivosti bit će detaljno objašnjen za laboratorij 1 na razini 1. Kako su aritmetičke sredine mjernih rezultata (tablica 30.) i standardna odstupanja (tablica 31.) već izračunate, pristupa se izračunu varijance ponovljivosti i to prema izrazu (1.8). Tada s_r^2 iznosi:

$$s_r^2 = 0,007$$

Kako je varijanca obnovljivosti s_R^2 jednaka izrazu (2.3), potrebno je izračunati među-laboratorijsko standardno odstupanje s_{Lj}^2 prema izrazu (1.9), pri čemu se s_{Dj}^2 i \bar{n}_j računaju prema izrazu (2.1) i (2.2) i iznose:

$$s_D^2 = 0,126$$

$$\bar{n}_j = 2$$

Nakon što su poznate vrijednosti \bar{n}_j i s_{Dj}^2 , tada se s_{Lj}^2 računa prema izrazu (1.9) i iznosi:

$$s_L^2 = 0,059$$

Sada je lako izračunati varijancu obnovljivosti prema izrazu (2.3) i ona iznosi:

$$s_R^2 = 0,066$$

Sljedeći korak je izračun mjerne vrijednosti ponovljivosti r i mjerne vrijednosti obnovljivosti R prema izrazima (10.2) i (10.3).

Potrebni studentovi faktori t za ponovljivost i obnovljivost se mogu ili očitati iz tablice 22. ili odrediti putem naredbe TINV u programu excel.

Studentov faktor t za obnovljivost iznosi 2,228.

Studentov faktor t za ponovljivost iznosi 2,079.

Sada kada je poznat t , mjerne vrijednosti ponovljivosti r i obnovljivosti R iznose:

$$r = 0,241$$

$$R = 0,806$$

Naposljetku se pristupa izračunu kritičnih razlika ponovljivosti i obnovljivosti.

Kritična razlika ponovljivosti se računa prema izrazu (9.2) i iznosi:

$$C_r D_r(0,94) = 0,051$$

Kritična razlika obnovljivosti se računa prema izrazu (9.5) i iznosi:

$$C_R D_R(0,94) = 0,5942$$

Može se zaključiti da rezultati nisu ponovljivi niti obnovljivi.

U tablici 40. su prikazani izračunati rezultati za preostale laboratorije.

Tablica 40. Izračunati rezultati obnovljivosti i ponovljivosti [4]

| Kritične vrijednosti | Razina 1 | Razina 2 | Razina 3 | Razina 4 | Razina 5 | Razina 6 |
|----------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| | | 0,051 | 0,197 | 0,148 | 0,231 | 0,356 |
| | 0,771 | 0,795 | 0,988 | 1,318 | 1,776 | 1,705 |
| $C_r D_r, C_R D_R$ | 0,94 | 1,085 | 1,035 | 1,455 | 2,135 | 2,08 |

Može se zaključiti kako dobiveni rezultati laboratorija na svim razinama nisu ponovljivi niti obnovljivi.

6. Zaključak

Norma ISO 5725:1994(E), Točnost (istinitost i preciznost) mjernih metoda i rezultata, je primijenjena kod analize rezultata mjerenja unutar i između laboratorija. Detaljno je razrađen postupak analize rezultata mjerenja koji, u prvom koraku, uključuje utvrđivanje grubih pogrešaka i homogenosti varijanci unutar i između mjernih nizova. Preciznost rezultata utvrđena je procjenom ponovljivosti i obnovljivosti rezultata mjerenja, te usporedbom rezultata s kritičnim razlikama ponovljivosti odnosno obnovljivosti. Točnost rezultata mjerenja utvrđena je usporedbom rezultata mjerenja s referentnom vrijednosti.

Najveća prednost ovih metoda, koje su opisane u ovom radu, je njihova univerzalna primjena na svim područjima koji posjeduju izmjerene rezultate. Bilo da se radi o podacima koji su dobiveni iz kemijske industrije, građevinarstva, strojarstva, biologije i slično moguće ih je tretirati i analizirati na isti način. Točno propisan postupak za analizu rezultata važan je zbog pravilnog tumačenja, mogućnosti usporedbe i razumijevanja rezultata mjerenja. Pri tome osoba koja analizira rezultate mjerenja treba imati određena statistička znanja kako bi pravilno i ne dvosmisleno mogla provoditi analizu i interpretirati dobivene rezultate.

Literatura

[1] - ISO 5725:1994(E), Točnost (istinitost i preciznost) mjernih metoda i rezultata

[2] - <http://web.math.hr/nastava/stat/files/t.pdf>

[3] - Runje B., Validacija, iskazivanje i usporedba rezultata mjerenja debljine premaza, Seminar: Tehničko usklađivanje i sustavi kontrole kvalitete u antikorozijskoj zaštiti, Zagreb, 2009.

[4] - Luping T. i Schouenborg B., Methodology of inter-comparison tests and statistical analysis of the test results - Nordtest project No. 1483-99, Borås, 2000.