

# 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:* **2024-07-31**

*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 $k$ -test.....	5
3.1.2. Mandelin $h$ -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
$\mu$	- 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 $\delta$ .....	65
Slika 6. Kontrolni dijagram ukupne sume za $\delta$ 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 (standardno 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 ( $^{\circ}\text{C}$ ) .....	27
Tablica 13. Srednje vrijednosti : Točka omekšanja smole ( $^{\circ}\text{C}$ ).....	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 matični model mjernih nizova koji se provode na isti način unutar laboratorija i između laboratorija.

Tablica 1. Matični 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	4,45	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'<sup>1</sup> i/ili 'potencijalna pogreška'<sup>2</sup>. 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

---

<sup>1</sup> Potencijalna pogreška (slobodan prijevod engleske riječi straggler)

<sup>2</sup> 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 Grubbsov 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)

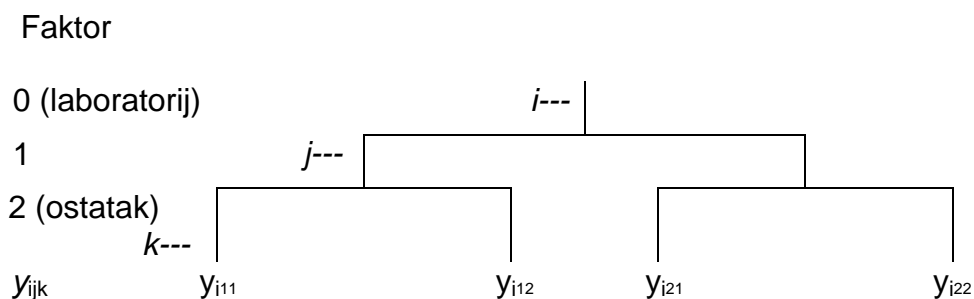
ANOVA metoda služi za izračunavanje ponovljivosti i obnovljivosti mjernih rezultata. Analizom odstupanja moguće je procijeniti varijabilnost koja se dogodila zbog različitih utjecaja. Varijabilnost se izražava odstupanjem, to jest prijelaznom preciznošću. Pod prijelaznom preciznošću se podrazumijeva 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  $\sigma_r^2$  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	$2p$	$MSe=SSe/(2p)$	$\sigma_r^2$
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.

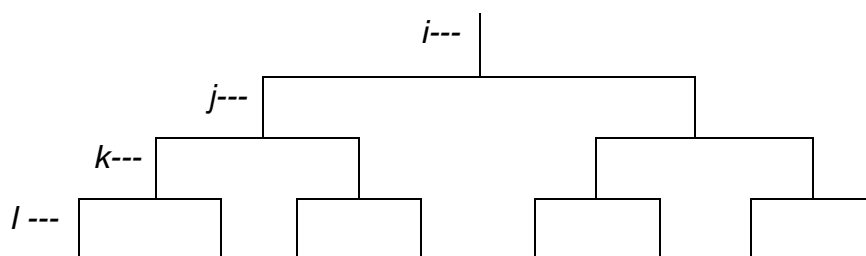
Faktori

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  $\sigma_r^2$  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]

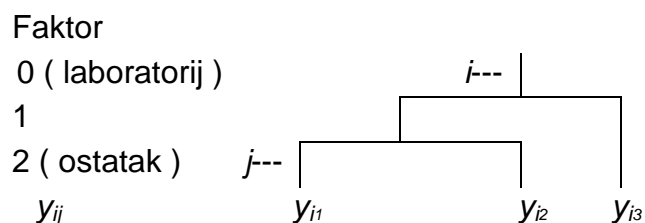
faktori	zbroj kvadrata odstupanja	broj stupnjeva slobode	sredina kvadrata odstupanja	očekivana vrijednost srednjeg kvadrata odstupanja
0	SSO	$p-1$	$MSO=SSO/(p-1)$	$\sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2 + 4\sigma_{(1)}^2 + 8\sigma_{(0)}^2$
1	SS1	$p$	$MS1=SS1/p$	$\sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2 + 4\sigma_{(1)}^2$
2	SS2	$2p$	$MS2=SS2/(2p)$	$\sigma_r^2 + 2\sigma_{(2)}^2$
ostatak	SSe	$4p$	$MSe=SSe/(4p)$	$\sigma_r^2$
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 ( $0,1,\dots$ ) 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  $\sigma_r^2$  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	$p$	$MSe=SSe/p$	$\sigma_r^2$
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  $\mu_0$ , 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  $\mu_0$ , 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]

$m$	$\alpha$									
	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
$\infty$	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

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

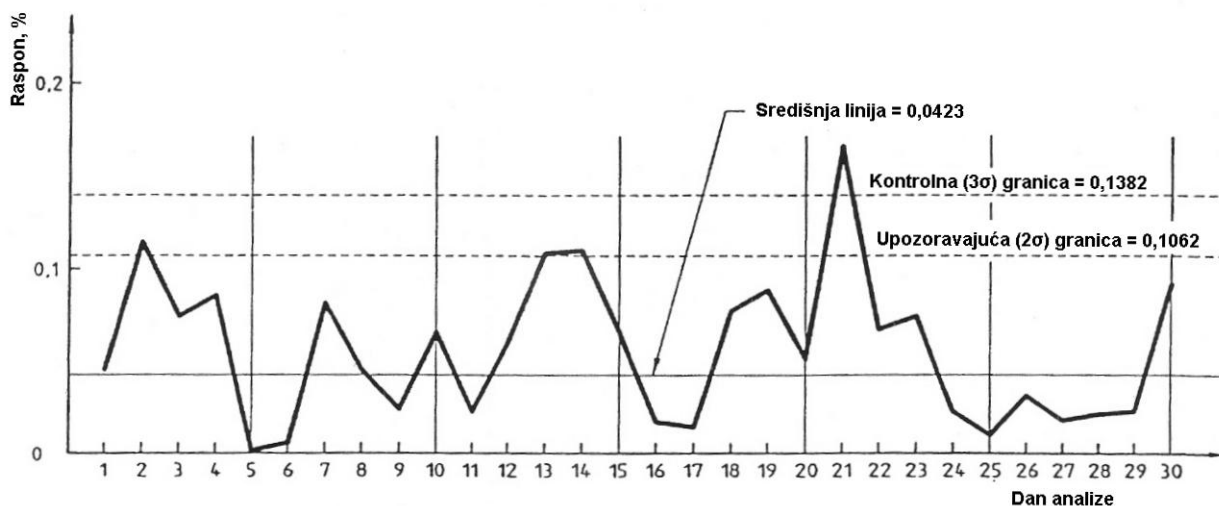
$$LCL = -$$

Unutrašnje standardno odstupanje ponovljivosti  $s_r$  se računa prema sljedećem izrazu:

$$s_r = \frac{\left(\sum_{i=1}^{30} \frac{w_i}{30}\right)}{d_2} = \frac{\bar{w}}{d_2} \quad (10.8)$$

$$s_r = 0,049$$

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 rasponom<sup>3</sup> 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

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

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

---

<sup>3</sup> 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

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

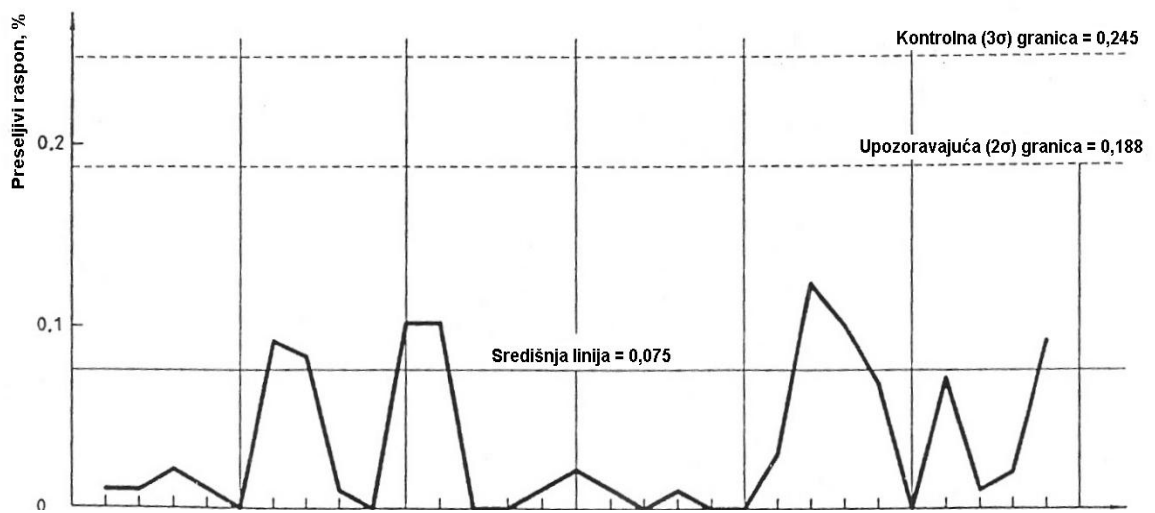
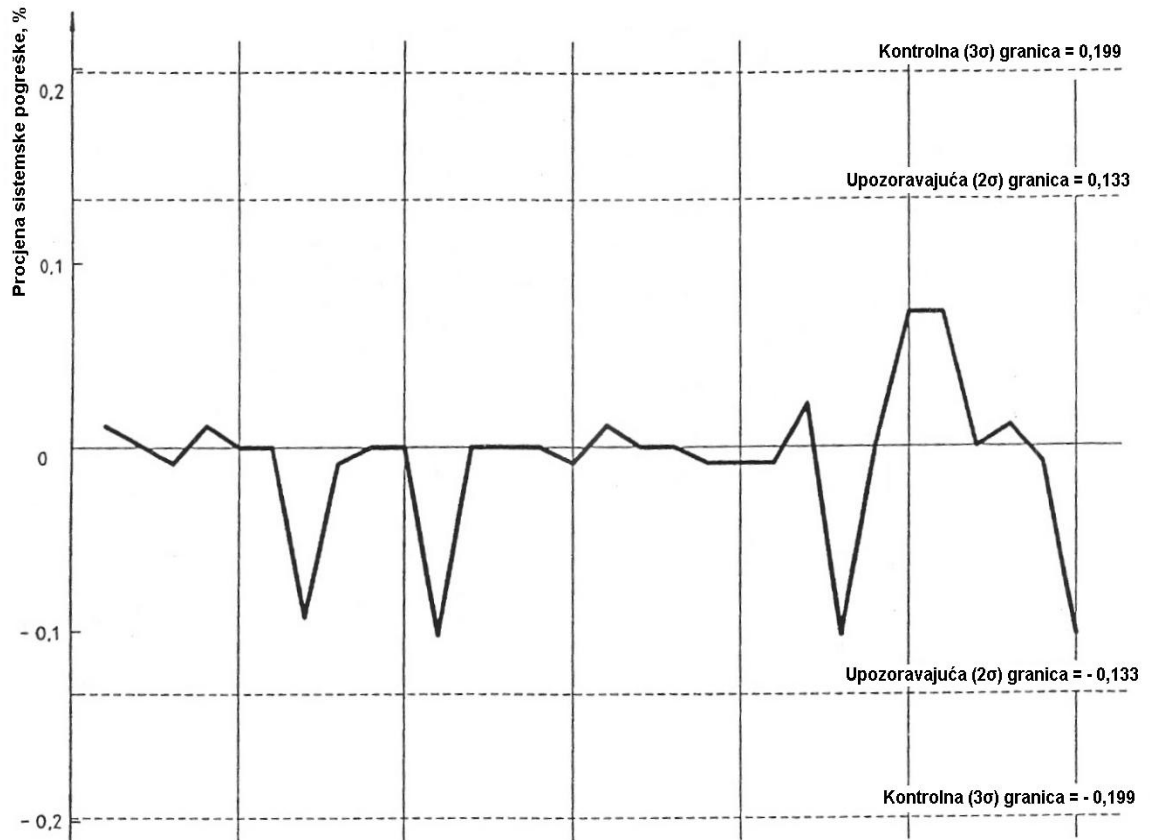
$$LCL = -$$

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

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

$$H = 0,318$$

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

$$K_1 = 10,323$$

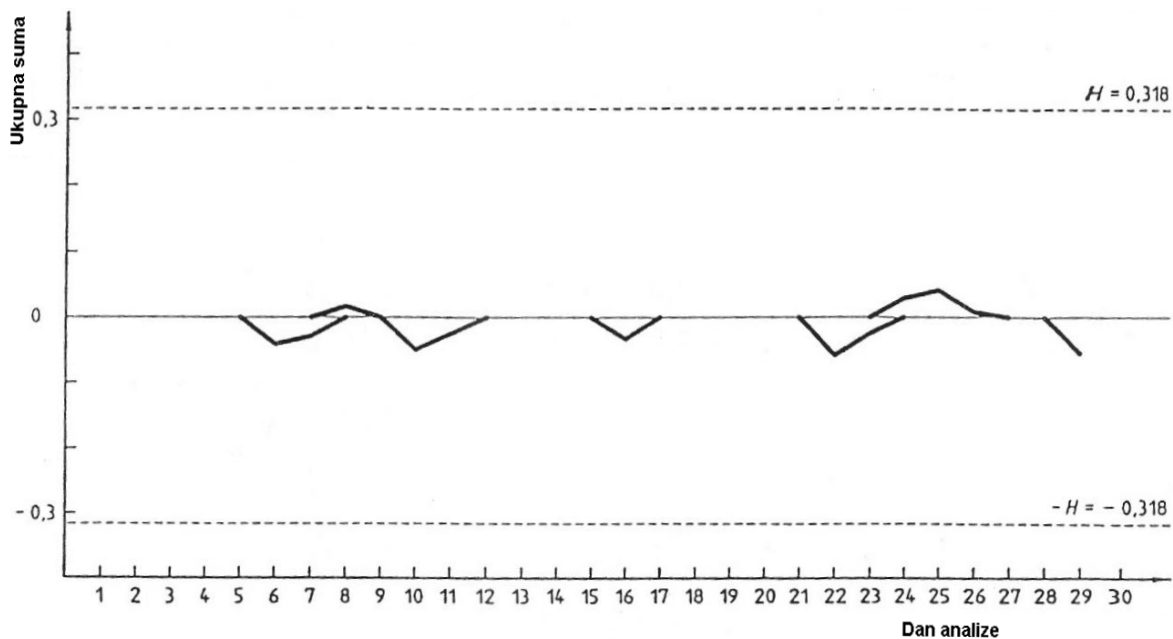
b) Donja granica

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

$$-H = -0,318$$

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

$$K_2 = 10,257$$



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, $\mu\text{m}$	Minimalna vrijednost debljine premaza, $\mu\text{m}$	Aritmetička sredina debljine premaza, $\mu\text{m}$	Standardno odstupanje, $\mu\text{m}$
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:

$$G = 0,927$$

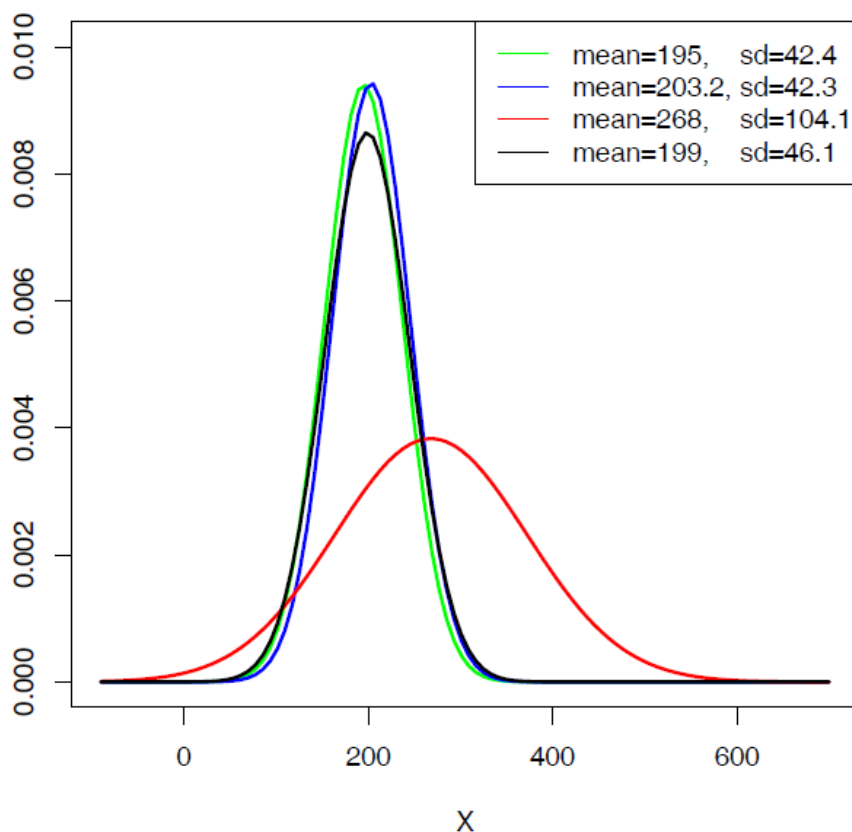


Analogno postupku za mjeritelja I, Grubbsova vrijednost za mjeritelja II iznosi:

$$G = 0,952$$

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:

$$s_r = 0,082$$

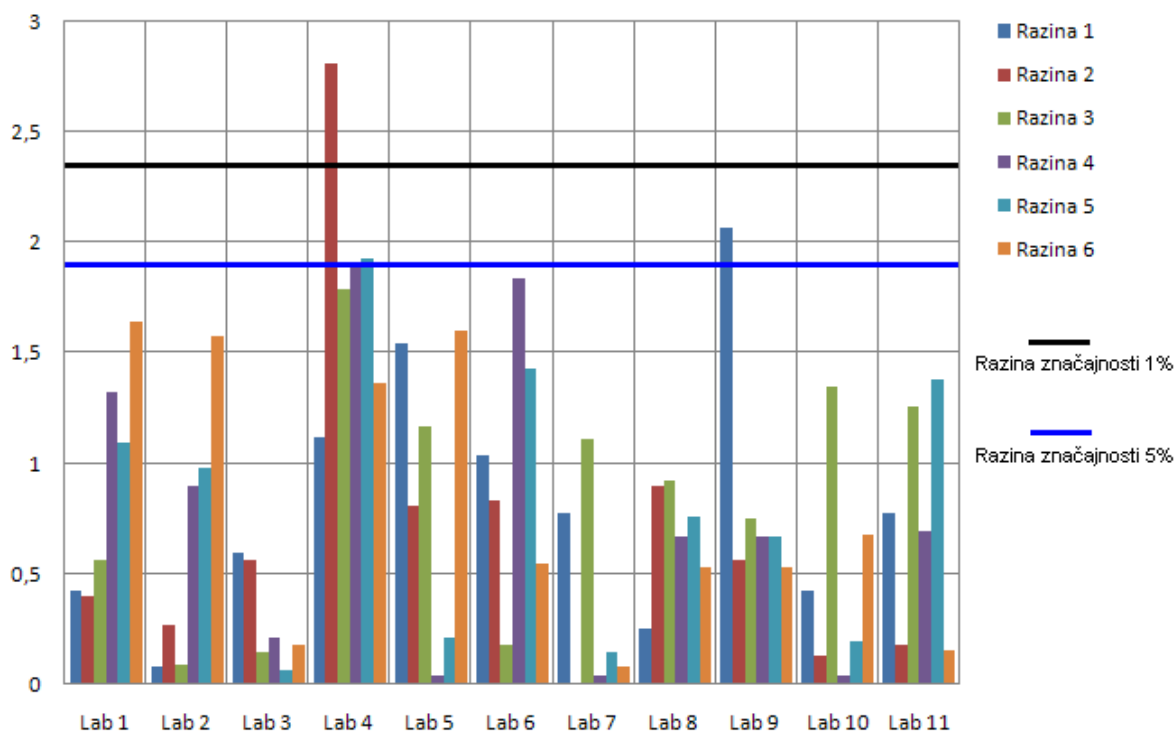
$$k = 0,426$$

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:

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

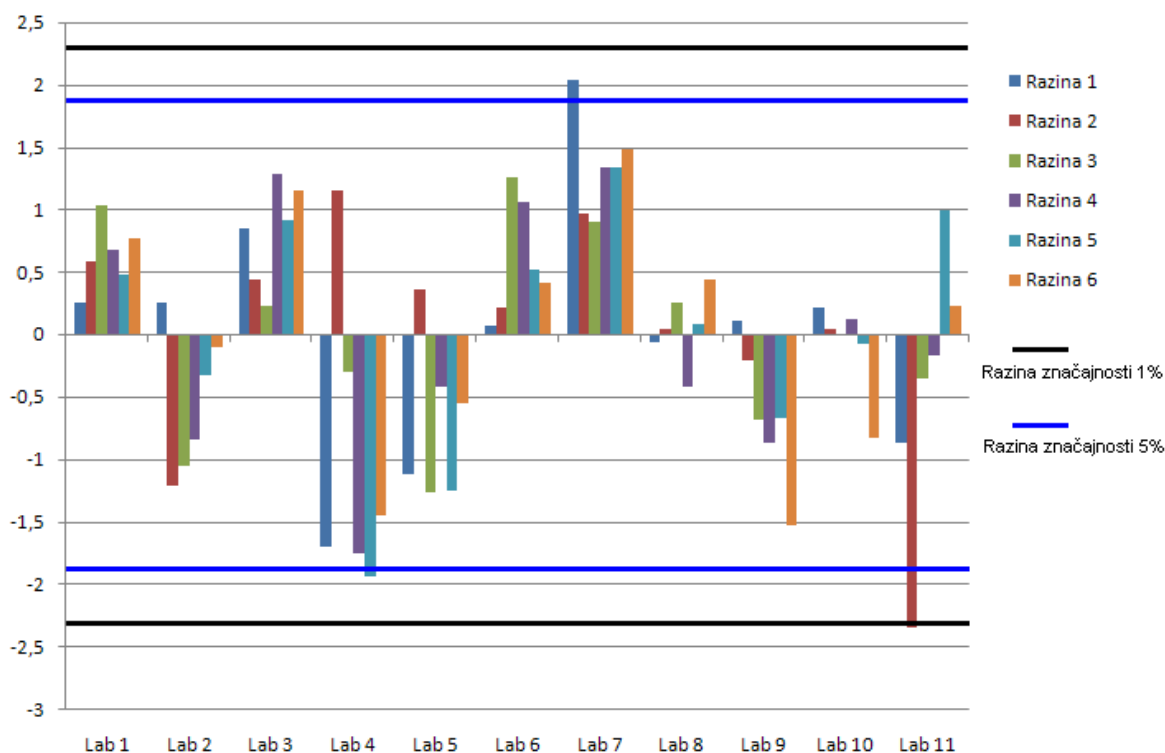
$$h = 0,248$$

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 antikorozivnoj 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, Boras, 2000.