

Međulaboratorijsko ispitivanje granulometrijskog sastava kamenog agregata

Dalibor Sekulić, Andrea Strineka, Elinor Trogrlić

Ključne riječi

kameni agregat, granulometrijski sastav, međulaboratorijsko ispitivanje, metoda analize varijance, ponovljivost, obnovljivost

Key words

stone aggregate, grading, interlaboratory testing, variance analysis method, repeatability, reproducibility

Mots clés

agrégat de pierre, composition granulométrique, essais interlaboratoires, méthode d'analyse de la variance, répétabilité, reproductibilité

Ключевые слова

каменный агрегат, гранулометрический состав, межлабораторное испытание, метод анализа варианты, повторяемость, обновляемость

Schlüsselworte

Steinzuschlagsstoff, Kornaufbau, Interlaboruntersuchung, Methode der Varianzanalyse, Wiederholbarkeit, Wiederherstellbarkeit

D. Sekulić, A. Strineka, E. Trogrlić

Stručni rad

Međulaboratorijsko ispitivanje granulometrijskog sastava kamenog agregata

Prikazani su rezultati međulaboratorijskog ispitivanja granulometrijskog sastava kamenog materijala frakcije 0 – 4 mm obrađeni metodom analize varijance (ANOVA). Eksperiment je planiran trofaktorskim stupnjevitim modelom. Procijenjene su varijance ponovljivosti i obnovljivosti te prijelazne varijance među nizovima rezultata dobivenih u različitim uvjetima obnovljivosti. Iskazivanje prijelazne varijance važno je radi određivanja utjecaja heterogenosti agregata na svakoj razini ispitivanja.

D. Sekulić, A. Strineka, E. Trogrlić

Professional paper

Interlaboratory testing of stone aggregate grading

Results of interlaboratory testing of the stone aggregate fraction 0 – 4 mm, analysed by variance analysis method (ANOVA), are presented. The experiment was planned with the three-factor staggered-nested model. The repeatability and reproducibility variances, and intermediate precision variances among ranges of results obtained under various reproducibility conditions, were estimated. The estimation of intermediate variance is significant for determining the influence of heterogeneity of aggregates at each level of testing.

D. Sekulić, A. Strineka, E. Trogrlić

Ouvrage professionnel

Les essais interlaboratoires de la composition granulométrique des agrégats de pierre

Les résultats des essais interlaboratoires sur la fraction 0 – 4 mm des agrégats de pierre sont présentés selon la méthode d'analyse de la variance (ANOVA). L'essai a été planifié à l'aide du modèle échelonné à trois coefficients. Les variances de répétabilité et reproductibilité, ainsi que les variances de transition entre les échelles de résultats obtenus sous conditions de reproductibilité différentes, ont été estimées. L'estimation de la variance de transition est considéré importante pour déterminer l'influence de la hétérogénéité des agrégats à chaque niveau de l'essai.

Д. Секулич, А. Стринека, Э. Троглич

Отраслевая работа

Межлабораторное испытание гранулометрического состава каменного агрегата

В работе показаны результаты межлабораторного испытания гранулометрического состава каменного материала фракции 0 – 4 мм методом анализа варианты. Эксперимент планирован трёхфакторной ступенчатой моделью. Оцениваются варианты повторяемости и обновляемости, а также переходные варианты между рядами результатов, полученных в различных условиях обновляемости. Выражение переходной варианты важно ради определения влияния гетерогенности агрегата на каждом уровне испытания.

D. Sekulić, A. Strineka, E. Trogrlić

Fachbericht

Interlaboruntersuchung des Kornaufbaus des Steinzuschlagstoffes

Dargestellt sind die Ergebnisse der Interlaboruntersuchung des Kornaufbaus des steinigen Materials Kornklasse 0 - 4 mm mit der Methode der Varianzanalyse (ANOVA). Das Experiment wurde mit dem stufenartigen Dreifaktormodell geplant. Die Varianzen der Wiederholbarkeit und Wiederherstellbarkeit sowie die Übergangsvarianzen zwischen den Ergebnisfolgen, erhalten in verschiedenen Bedingungen der Wiederherstellbarkeit, wurden abgeschätzt. Das Zeigen der Übergangsvarianz ist wichtig um den Einfluss der Heterogenität des Zuschlagsstoffs bei jedem Niveau der Untersuchung zu bestimmen.

Autori: Mr sc. **Dalibor Sekulić**, dipl. ing. fiz.; mr. sc. **Andrea Strineka**, dipl. ing. kem. teh.;
mr. sc. **Elinor Trogrlić**, dipl. ing. fiz., Institut građevinarstva Hrvatske, J. Rakuše 1, Zagreb

1 Uvod

Nizom norma ISO 5725 dane su smjernice i upute za provođenje međulaboratorijskih ispitivanja i upute za iskazivanje preciznosti ispitnog rezultata.

Norma ISO 5725-2 sadrži metode za iskazivanje preciznosti kada se želi odrediti ponovljivost i obnovljivost ispitne metode, uz uvjet da je ispitivani materijal homogen, odnosno kada nema potrebe kvantificirati utjecaj heterogenosti uzorka na preciznost ispitnog rezultata.

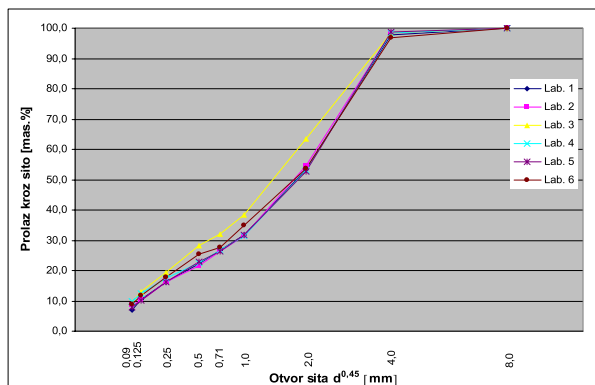
Međutim, ako je svrha međulaboratorijskih ispitivanja, osim iskazivanja ponovljivosti i obnovljivosti, iskazivanje prijelazne preciznosti, tada se planiranje, provođenje eksperimenta i analiza rezultata mogu provesti metodom analize varijance (ANOVA) prema smjernicama norme ISO 5725-3.

Pod pojmom prijelazne preciznosti podrazumijeva se preciznost dobivena mijenjanjem nekih od utjecajnih veličina, kao što su ispitivač, oprema, datum ispitivanja ili uzorak, koje djeluju na mjerni rezultat a ne mogu se direktno mjeriti.

2 Metoda ispitivanja

U radu su obrađeni rezultati međulaboratorijskih ispitivanja granulometrijskog sastava kamenog agregata frakcija agregata 0 – 4 mm metodom mokrog prosijavanja.

Na slici 1. grafički su prikazane srednje vrijednosti granulometrijskog sastava, određene iz rezultata triju prosijavanja postupkom mokrog prosijavanja, frakcije agregata 0 - 4 mm za svaki od 6 ispitnih laboratorija sudionika međulaboratorijskog ispitivanja.



Slika 1. Granulometrijske krivulje

3 Planiranje eksperimenta

U radu je upotrijebljen trofaktorski stupnjevit model planiranja eksperimenta, shematski prikazan na slici 2.

Trofaktorski stupnjevit eksperiment proveden je između 6 ispitnih laboratorija. Svakom od laboratorija dostavljen je laboratorijski uzorak agregata frakcije 0 – 4 mm dobiven

iz istoga ukupnog uzorka. Laboratoriji su od laboratorijskih uzoraka metodom četvrtanja izradili po dva ispitna uzorka.

Uzorak 1 prosijan je dva puta, a uzorak 2 jedanput. Laboratoriji su na taj način dobili po 3 grupe rezultata $Y_{i,1,1}$, $Y_{i,1,2}$, $Y_{i,2,1}$ za svako od 9 sita koja predstavljaju razine ispitivanja.

Dakle, rezultati ispitivanja $Y_{i,1,1}$, $Y_{i,1,2}$ dobiveni su u uvjetima ponovljivosti (isti ispitivač, ista mjerna oprema), a rezultati ispitivanja $Y_{i,2,1}$ dobiveni su u uvjetima prijelazne preciznosti (ispitivanje drugog uzorka iz istoga laboratorijskog uzorka, uz rad istog ispitivača i uporabom iste ispitne opreme).

Moguće je mijenjati i druge parametre preciznosti, npr. opremu, ispitivače, datum ispitivanja, no to nije bio predmet ovog istraživanja.

FAKTOR

laboratorij

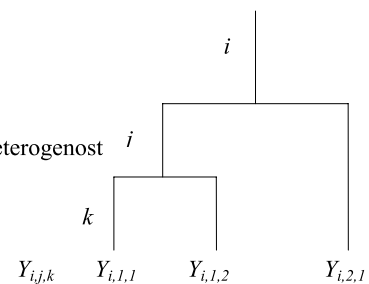
($i = 1, 2, \dots, 6$)

ispitni uzorak - heterogenost

($j = 1, 2$)

rezidual

($k = 1, 2$)



Slika 2. Shematski prikaz trofaktorskoga stupnjevitog modela eksperimenta za pojedinu razinu ispitivanja

Očekuje se da u rezultate ispitivanja laboratoriji unose sustavnu pogrešku, a uzorci slučajnu pogrešku, pa su stoga faktori i, j, k na slici 2. poredani tako da su faktori za koje se pretpostavlja da su pod utjecajem sustavne pogreške na gornjem dijelu dijagrama, a faktori koji su pod utjecajem slučajne pogreške na donjem dijelu.

4 Analiza varijance za trofaktorski stupnjevit model eksperimenta

Analiza rezultata provedena je analizom varijance (ANOVA) odvojeno na svakoj razini ispitivanja.

Srednje vrijednosti rezultata ispitivanja laboratorija i proračunane su prema izrazima:

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

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

gdje je:

i - broj laboratorija koji je sudjelovao u međulaboratorijskom ispitivanju

y_{i1} i y_{i2} - rezultati ispitivanja dobiveni ispitivanjem uzorka 1

y_{i3} - rezultat ispitivanja uzorka 2.

Ukupna srednja vrijednost rezultata ispitivanja i -tog laboratorija računa se prema:

$$\bar{y} = \frac{1}{p} \sum_i \bar{y}_{i(2)} \quad (3)$$

gdje je p ukupan broj laboratorija koji su sudjelovali u međulaboratorijskom ispitivanju.

Rasponi $w_{i(1)}$ i $w_{i(2)}$ računaju se iz izraza:

$$w_{i(1)} = |y_{i1} - y_{i2}| \quad (4)$$

$$w_{i(2)} = |\bar{y}_{i(1)} - y_{i3}| \quad (5)$$

Sljedeći je korak ANOVA analize izračunavanje ukupnog zbroja kvadrata odstupanja (SST) prema:

$$SST = \sum_i \sum_j (y_{ij} - \bar{y})^2 = SS0 + SS1 + SSe \quad (6)$$

gdje je:

$$SS0 = 3 \sum_i (\bar{y}_{i(2)})^2 - 3p(\bar{y})^2 \quad (7)$$

$$SS1 = \frac{2}{3} \sum_i w_{i(2)}^2 \quad (8)$$

$$SSe = \frac{1}{2} \sum_i w_{i(1)}^2 \quad (9)$$

Korigirane varijance dobivaju se dijeljenjem zbrojeva kvadrata odstupanja $SS0$, $SS1$ i SSe s brojevima stupnjeva slobode (tablica 1.). U tablici 1. prikazani su i izrazi za očekivane varijance (σ_0^2 , σ_1^2 , σ_r^2).

Procijenjene varijance s_0^2 , $s_{(1)}^2$ i s_r^2 procjenjuju se iz korigiranih varijanaci $MS0$, $MS1$ i MSe prema:

$$s_{(0)}^2 = \frac{1}{3}MS0 - \frac{5}{12}MS1 + \frac{1}{12}MSe \quad (10)$$

$$s_{(1)}^2 = \frac{3}{4}MS1 - \frac{3}{4}MSe \quad (11)$$

$$s_r^2 = MSe \quad (12)$$

gdje je:

$s_{(0)}^2$ - procjena međulaboratorijske varijance

Tablica 1. Pregled korigiranih i očekivanih varijanaca (ANOVA)

| Izvor rasipanja | Zbroj kvadrata odstupanja | Broj stupnjeva slobode | Korigirana varijanica | Očekivana varijanica |
|-----------------------|---------------------------|------------------------|-----------------------|---|
| 0 (laboratorij) | $SS0$ | $p - 1$ | $MS0 = SS0/(p - 1)$ | $\sigma_0^2 = \sigma_r^2 + \frac{5}{3}\sigma_{(1)}^2 + 3\sigma_{(0)}^2$ |
| 1 (heterogenost) | $SS1$ | p | $MS1 = SS1/p$ | $\sigma_1^2 = \sigma_r^2 + \frac{4}{3}\sigma_{(1)}^2$ |
| Rezidualna odstupanja | SSe | p | $MSe = SSe/p$ | σ_r^2 |
| Ukupno | SST | $3p - 1$ | - | - |

$s_{(1)}$ - procjena varijance između različitih uzoraka

s_r^2 - procjena varijance ponovljivosti.

Srednje kvadratno odstupanje ponovljivosti s_r , srednje kvadratno odstupanje nehomogenosti $s_{(1)}$ i srednje kvadratno odstupanje obnovljivosti s_R računaju se iz izraza:

$$s_r = \sqrt{MSe} \quad (13)$$

$$s_{(1)} = \sqrt{s_r^2 + s_{(1)}^2} \quad (14)$$

$$s_R = \sqrt{s_r^2 + s_{(1)}^2 + s_{(0)}^2} \quad (15)$$

5 Rezultati ispitivanja

Rezultati ispitivanja (prolasci kroz pojedina sita izraženi kao maseni postoci) prikazani su u tablicama 2. i 3. U tablicama su također označeni rezultati koji su nakon statističke provjere Mandelovim testom proglašeni nezadovoljavajućim.

Tablica 2. Rezultati ispitivanja granulometrijskog sastava pojedinačnih ispitnih uzoraka

| Broj lab. i | Razina 1 (0,09 mm) | | | Razina 2 (0,125 mm) | | | Razina 3 (0,25 mm) | | | Razina 4 (0,50 mm) | | | Razina 5 (0,71 mm) | | |
|---------------|----------------------------|----------|----------|---------------------|----------|----------|--------------------|--------------|--------------|--------------------|----------|----------|--------------------|----------|----------|
| | Prolaz kroz sito [% (m/m)] | | | | | | | | | | | | | | |
| | Uzorak 1 | | Uzorak 2 | | Uzorak 1 | | Uzorak 2 | | Uzorak 1 | | Uzorak 2 | | Uzorak 1 | | Uzorak 2 |
| | Y_{i1} | Y_{i2} | Y_{i3} | Y_{i1} | Y_{i2} | Y_{i3} | Y_{i1} | Y_{i2} | Y_{i3} | Y_{i1} | Y_{i2} | Y_{i3} | Y_{i1} | Y_{i2} | Y_{i3} |
| 1 | 7,1 | 7,1 | 7,2 | 3,6 | 3,4 | 3,3 | 6,1 | 5,8 | 5,3 | 6,5 | 6,3 | 5,4 | 4,5 | 4,2 | 4,0 |
| 2 | 8,7 | 8,7 | 8,6 | 1,6 | 1,6 | 1,6 | 5,7 | 5,7 | 6,2 | 5,5 | 5,5 | 5,8 | 4,6 | 4,6 | 4,7 |
| 3 | 9,2 | 9,0 | 10,0 | 3,2 | 3,5 | 3,9 | 6,5 | 6,1 | 7,0 | 8,4 | 9,0 | 9,2 | 3,9 | 3,5 | 3,4 |
| 4 | 9,8 | 9,8 | 9,9 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 5,2 | 5,2 | 4,9 | 5,3 | 5,0 | 5,0 | 4,1 | 4,4 | 3,9 |
| 5 | 7,7 | 7,5 | 8,6 | 2,3 | 2,3 | 2,3 | 5,9 | 5,8 | 5,8 | 6,8 | 6,6 | 7,3 | 3,2 | 3,6 | 3,6 |
| 6 | 9,0 | 8,7 | 8,6 | 3,1 | 3,0 | 2,6 | 6,0** | 6,1** | 6,2** | 7,4 | 7,7 | 7,7 | 2,4 | 2,4 | 2,3 |

**Rezultati izbačeni iz daljnje analize

Tablica 3. Rezultati ispitivanja granulometrijskog sastava pojedinačnih ispitnih uzoraka

| Broj lab. <i>i</i> | Razina 6 (1 mm) | | | Razina 7 (2 mm) | | | Razina 8 (4 mm) | | | Razina 9 (8 mm) | | |
|--------------------|----------------------------|----------|----------|-----------------|----------|----------|-----------------|----------|----------|-----------------|----------|----------|
| | Prolaz kroz sito [% (m/m)] | | | | | | | | | | | |
| | Uzorak 1 | | Uzorak 2 | Uzorak 1 | | Uzorak 2 | Uzorak 1 | | Uzorak 2 | Uzorak 1 | | Uzorak 2 |
| | Y_{i1} | Y_{i2} | Y_{i3} | Y_{i1} | Y_{i2} | Y_{i3} | Y_{i1} | Y_{i2} | Y_{i3} | Y_{i1} | Y_{i2} | Y_{i3} |
| 1 | 5,3 | 5,0 | 4,9 | 21,3 | 21,6 | 21,9 | 43,3 | 44,1 | 46,0 | 2,5 | 2,5 | 2,0 |
| 2 | 5,2 | 5,2 | 5,2 | 23,1** | 23,0** | 23,0** | 44,2 | 44,2 | 43,2 | 1,4 | 1,5 | 1,7 |
| 3 | 6,4 | 6,4 | 6,8 | 24,4 | 24,6 | 25,8 | 36,4** | 35,9** | 32,9** | 1,6 | 2,0 | 1,0 |
| 4 | 4,8 | 4,8 | 4,7 | 21,9 | 21,6 | 21,6 | 44,5 | 45,3 | 45,6 | 1,9 | 1,4 | 1,9 |
| 5 | 5,0 | 5,4 | 5,4 | 20,5 | 21,0 | 21,3 | 47,2 | 47,0 | 43,9 | 1,4 | 0,8 | 1,8 |
| 6 | 7,2 | 77,1 | 7,2 | 19,2 | 18,7 | 18,5 | 43,3 | 43,3 | 43,2 | 2,4 | 3,0 | 3,7 |

**Rezultati izbačeni iz daljnje analize

U tablicama 4. i 5. prikazane su vrijednosti opsega $w_{i(1)}$, $w_{i(2)}$ proračunane iz rezultata ispitivanja s pomoću izraza (4) i (5) te srednja vrijednost $\bar{y}_{i(2)}$ proračunana izrazom (2).

njem određenim iz srednjih vrijednosti pojedinih ćelija prema izrazu (16). Čeliju čine tri rezultata ispitivanja jedinog laboratorija na pojedinoj razini ispitivanja (situ).

Tablica 4. Vrijednosti $w_{i(1)}$, $w_{i(2)}$ i $\bar{y}_{i(2)}$

| Broj lab. <i>i</i> | Razina 1 (0,09 mm) | | | Razina 2 (0,125 mm) | | | Razina 3 (0,25 mm) | | | Razina 4 (0,5 mm) | | | Razina 5 (0,71 mm) | | |
|--------------------|--------------------|------------|------------------|---------------------|------------|------------------|--------------------|------------|------------------|-------------------|------------|------------------|--------------------|------------|------------------|
| | $w_{i(1)}$ | $w_{i(2)}$ | $\bar{y}_{i(2)}$ | $w_{i(1)}$ | $w_{i(2)}$ | $\bar{y}_{i(2)}$ | $w_{i(1)}$ | $w_{i(2)}$ | $\bar{y}_{i(2)}$ | $w_{i(1)}$ | $w_{i(2)}$ | $\bar{y}_{i(2)}$ | $w_{i(1)}$ | $w_{i(2)}$ | $\bar{y}_{i(2)}$ |
| 1 | 0,03 | 0,10 | 7,13 | 0,07 | 0,20 | 3,43 | 0,22 | 0,65 | 5,73 | 0,33 | 1,00 | 6,07 | 0,12 | 0,35 | 4,23 |
| 2 | 0,03 | 0,10 | 8,67 | 0,00 | 0,00 | 1,60 | 0,17 | 0,50 | 5,87 | 0,10 | 0,30 | 5,60 | 0,03 | 0,10 | 4,63 |
| 3 | 0,30 | 0,90 | 9,40 | 0,18 | 0,55 | 3,53 | 0,23 | 0,70 | 6,53 | 0,17 | 0,50 | 8,87 | 0,10 | 0,30 | 3,60 |
| 4 | 0,03 | 0,10 | 9,83 | 0,00 | 0,00 | 2,50 | 0,10 | 0,30 | 5,10 | 0,05 | 0,15 | 5,10 | 0,12 | 0,35 | 4,13 |
| 5 | 0,33 | 1,00 | 7,93 | 0,00 | 0,00 | 2,30 | 0,02 | 0,05 | 5,83 | 0,20 | 0,60 | 6,90 | 0,07 | 0,20 | 3,47 |
| 6 | 0,08 | 0,25 | 8,77 | 0,15 | 0,45 | 2,90 | 0,05 | 0,15 | 6,10 | 0,05 | 0,15 | 7,60 | 0,03 | 0,10 | 2,37 |

Tablica 5. Vrijednosti $w_{i(1)}$, $w_{i(2)}$ i $\bar{y}_{i(2)}$

| Broj lab. <i>i</i> | Razina 6 (1 mm) | | | Razina 7 (2 mm) | | | Razina 8 (4 mm) | | | Razina 9 (8 mm) | | |
|--------------------|-----------------|------------|------------------|-----------------|------------|------------------|-----------------|------------|------------------|-----------------|------------|------------------|
| | $w_{i(1)}$ | $w_{i(2)}$ | $\bar{y}_{i(2)}$ | $w_{i(1)}$ | $w_{i(2)}$ | $\bar{y}_{i(2)}$ | $w_{i(1)}$ | $w_{i(2)}$ | $\bar{y}_{i(2)}$ | $w_{i(1)}$ | $w_{i(2)}$ | $\bar{y}_{i(2)}$ |
| 1 | 0,08 | 0,25 | 5,07 | 0,15 | 0,45 | 21,60 | 0,80 | 2,40 | 44,40 | 0,17 | 0,50 | 2,33 |
| 2 | 0,00 | 0,00 | 5,20 | 0,02 | 0,05 | 23,03 | 0,33 | 1,00 | 43,87 | 0,08 | 0,25 | 1,53 |
| 3 | 0,13 | 0,40 | 6,53 | 0,43 | 1,30 | 24,93 | 1,08 | 3,25 | 35,07 | 0,27 | 0,80 | 1,53 |
| 4 | 0,03 | 0,10 | 4,77 | 0,05 | 0,15 | 21,70 | 0,23 | 0,70 | 45,13 | 0,08 | 0,25 | 1,73 |
| 5 | 0,07 | 0,20 | 5,27 | 0,18 | 0,55 | 20,93 | 1,07 | 3,20 | 46,03 | 0,23 | 0,70 | 1,33 |
| 6 | 0,02 | 0,05 | 7,17 | 0,15 | 0,45 | 18,80 | 0,03 | 0,10 | 43,27 | 0,33 | 1,00 | 3,03 |

6 Analiza rezultata

6.1 Ispitivanje outliera (nekonzistentnih rezultata)

U svrhu određivanja nekonzistentnih rezultata ispitivanja primijenjena je Mandelova statistička metoda koja se sastoji od h -statistike i k -statistike.

6.1.1 Mandelova h -statistika

Međulaboratorijska statistika konzistentnosti, h , proračunana je za svaki od laboratorija dijeljenjem standardnog odstupanja pojedine ćelije sa standardnim odstupanja

$$h_{ij} = \frac{\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j}{\sqrt{\frac{1}{(p_j - 1)} \sum_{i=1}^{p_j} (\bar{y}_{ij} - \bar{\bar{y}}_j)^2}} \quad (16)$$

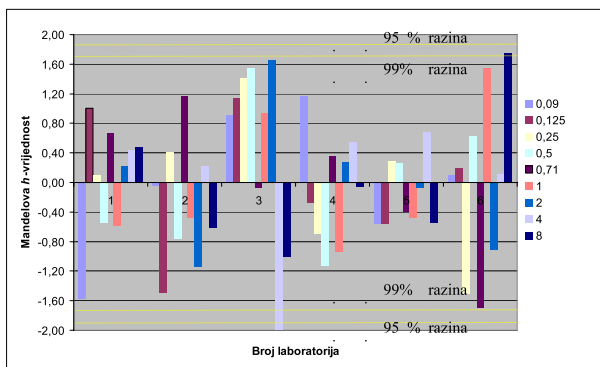
gdje je:

\bar{y}_{ij} - srednja vrijednost i -tog laboratorija za razinu ispitivanja j

$\bar{\bar{y}}_j$ - opća srednja vrijednost svih rezultata na razini j

p_j - broj laboratorija sudionika.

Rezultati Mandelove h -statistike prikazani su grafički na slici 3. Dijagrami sadrže i granične vrijednosti Mandelove h -statistike za 95 % i 99 % razinu povjerenja. Rezultati kojih je h vrijednost iznad vrijednosti 1,87 (95 % razina povjerenja) izostavljeni su iz daljnje analize.

Slika 3. Rezultati Mandelove h -statistike

6.1.2 Mandelova k -statistika

Unutarlaboratorijska statistika konzistentnosti, k , proračunana je za svaku razinu ispitivanja j i za svaki od p laboratorija prema jednadžbama:

$$k_{i,j} = \frac{s_{i,j}}{s_p}, \quad (17)$$

pri čemu je:

$$s_p = \sqrt{\frac{\sum_i s_{ij}^2}{p_j}}, \quad (18)$$

gdje je:

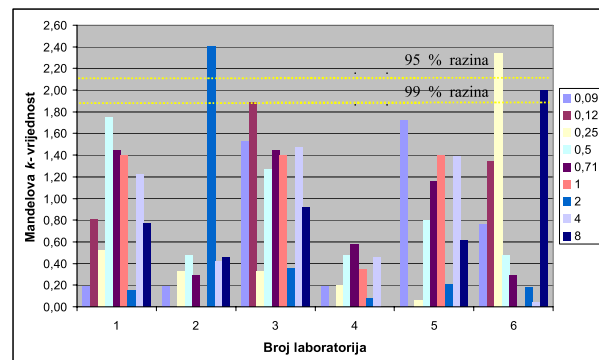
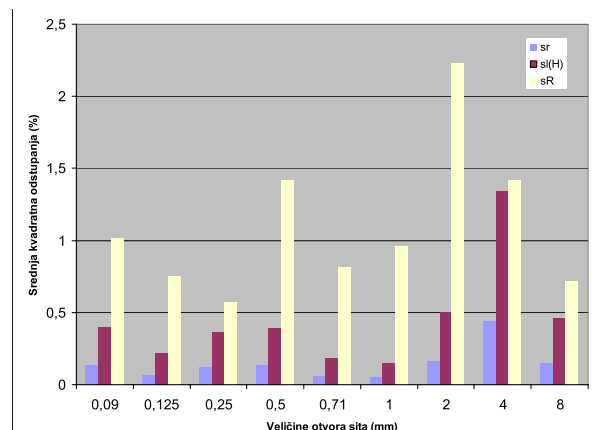
$s_{i,j}$ – standardno odstupanje za i -ti laboratorij na razini j

s_p – skupno standardno odstupanje.

Tablica 6. Vrijednosti s_r ; $s_{I(H)}$ i s_R za 9 razina ispitivanja granulometrijskog sastava frakcije 0/4 mm

| Razina | Sito (mm) | Oznaka nezadovoljavajućeg laboratorija | Srednja vrijednost (%) | s_r (%) | $s_{I(H)}$ (%) | s_R (%) |
|--------|-----------|--|------------------------|-----------|----------------|-----------|
| 1 | 0,09 | - | 8,62 | 0,13 | 0,40 | 1,02 |
| 2 | 0,125 | - | 2,71 | 0,07 | 0,22 | 0,75 |
| 3 | 0,25 | 6 (Mandel k) | 5,81 | 0,12 | 0,36 | 0,57 |
| 4 | 0,5 | - | 6,69 | 0,13 | 0,39 | 1,42 |
| 5 | 0,71 | - | 3,74 | 0,06 | 0,18 | 0,81 |
| 6 | 1,0 | - | 5,67 | 0,05 | 0,15 | 0,96 |
| 7 | 2,0 | 2 (Mandel k) | 21,59 | 0,16 | 0,50 | 2,23 |
| 8 | 4,0 | 3 (Mandel h) | 44,54 | 0,44 | 1,34 | 1,42 |
| 9 | 8,0 | - | 1,92 | 0,15 | 0,46 | 0,72 |

Rezultati Mandelove k -statistike prikazani su grafički na slici 4. Dijagrami sadrže i granične vrijednosti Mandelove k -statistike za 95 % i 99 % razinu povjerenja. Rezultati kojih je k vrijednost iznad vrijednosti 2,14 (95 % razina povjerenja) izostavljeni su iz daljnje analize.

Slika 4. Rezultati Mandelove k -statistikeSlika 5. Grafički prikaz vrijednosti s_r ; $s_{I(H)}$ i s_R

6.2 Rezultati ANOVA metode

Vrijednosti triju srednjih kvadratnih odstupanja (s_r ; $s_{I(H)}$ i s_R) za 9 razina ispitivanja granulometrijskog sastava prikazani su u tablici 6. i na slici 5. Rezultati nezadovoljavajućih laboratorija nisu uzeti u obzir.

7 Zaključak

Rad obuhvaća analizu međulaboratorijskih ispitivanja granulometrijskog sastava kamenog agregata postupkom mokrog prosijavanja.

Svrha ispitivanja bila je ocjena preciznosti ispitne metode i ocjena sposob-

nosti ispitnih laboratorija. Primijenjen je trofaktorski stupnjeviti model planiranja eksperimenta da bi dobili što više informacija o različitim utjecajima na preciznost ispitne metode ispitivanjem što manjeg broja uzoraka.

Cilj ovako planiranog eksperimenta bio je istražiti ne samo ponovljivosti i obnovljivosti metode ispitivanja, već i prijelaznu preciznost da bi se odredio utjecaj heterogenosti agregata na svakoj razini ispitivanja.

Nakon statističke provjere Mandelovim testom, iz daljnje analize izostavljeni su neki laboratoriji na pojedinim razinama ispitivanja.

LITERATURA

- [1] ISO 5725-2:1994 *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2: Basic methods for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*
- [2] ISO 5725-3:1994 *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*
- [3] Pauše, Ž.: *Uvod u matematičku statistiku*, Školska knjiga, Zagreb, 1993.
- [4] Luping, T; Schouenborg, B.: *Methodology of Inter-comparison Tests and Statistical Analysis of Test Results – Nordtest project No. 1483 – 99*, SP REPORT 2000: 35, SP Swedish National Testing and Research Institute.

Daljnja analiza rezultata provedena je metodom analize varijance (ANOVA).

Analizirani rezultati pokazali su da na preciznost metode ispitivanja najviše utječe heterogenost uzorka koja je posebno izražena na agregatu veličine zrna 4 – 8 mm. Utjecaj ponovljivosti je kod svih laboratorija oko tri puta manji u odnosu prema utjecaju heterogenosti uzorka (tablica 6.).

Vrijednosti obnovljivosti očekivano su najveće na svim razinama ispitivanja jer je to podatak koji obuhvaća međulaboratorijske utjecaje te faktore ponovljivosti i nehomogenosti uzorka.