TAMPEREEN
AMMATTIKORKEAKOULU

KIVIAINEKSEN LAATU

Vertailukokeiden järjestäminen ja tulosten arviointi

Ville Kinnunen

Opinnäytetyö
Maaliskuu 2019
Energia- ja ympäristötekniikka
Laboratoriotekniikka

TIIVISTELMÄ

Tampereen ammattikorkeakoulu
Energia- ja ympäristötekniikka
Laboratoriotekniikka

KINNUNEN, VILLE:
Kiviaineksen laatu
Vertailukokeiden järjestäminen ja tulosten arviointi

Opinnäytetyö 92 sivua, joista liitteitä 13 sivua
Maaliskuu 2019

Opinnäytetyö tehtiin Tampereen teknillisen yliopiston Rakennustekniikan laboratorioon Maa- ja pohjarakenteiden tutkimusryhmälle. Opinnäytetyön tulokset olivat osa Päällystealan neuvottelukunnan vuoden 2018 vertailukoetta. Vertailukokeeseen osallistui 22 laboratoriota, joissa suoritettiin kuulamyllytestit SFS-EN 1097-9 standardin mukaan kahdesta näytteestä tutkimalla molemmista kaksi yksittäistestinäytettä. Laboratorioissa suoritettiin myös standardien SFS-EN 933-3 ja 1097-6 mukaiset testit näytteille litteysluvusta sekä kiintotiheydestä, millä selvitettiin kuulamyllytestin mahdollisia poikkeamia.

Tuloksille oli tavoitteena suorittaa tilastollinen vertailu ISO 5725-2:1994 standardin mukaan laskennallisesti Cochranin ja Grubbsin testeillä sekä laskemalla toistettavuus ja uusittavuus. Tarkoituksena oli tuoda myös standardista löytävä graafinen Mandelin menetelmä mukaan tilastolliseen tarkasteluun. Ongelmina tilastollisessa tarkastelussa oli näytteiden liian pieni määrä luotettavien arvioiden ja johtopäätösten tekemiseen. Lisäksi joidenkin laboratorioiden tulosten raportoinnissa oli ongelmia niiden ollessa liian epätarkat tilastolliseen tarkasteluun.

Kuulamyllytestin tulokset olivat hyviä, koska Grubbsin testillä löytyi vain yksi tilastollisesti poikkeava tulos ja Cochranin testillä kaikkien laboratorioiden sisäisen keskihajonnan ollessa hyväksyttäviä. Lisäksi toistettavuus ja uusittavuus olivat samaa luokkaa SFS-1097-9 standardin kanssa. Mandelin menetelmällä löytyi yksi tilastollisesti poikkeava ja yksi tilastollisesti virheellinen tulos. Lisäksi sillä löydettiin kaksi tilastollisesti poikkeavaa ja yksi virheellinen laboratorioiden sisäinen keskihajonta. Mandelin menetelmällä löytyviä poikkeamia ei poistettu, koska menetelmällä on tarkoitus etsiä yhtäläisyyksiä laboratorion sisäisistä tuloksista.

Tulosten perusteella sekä eri testeihin perehtymällä voitiin todeta vertailukokeiden olleen onnistuneita ja Mandelin menetelmän tuovan lisäarvoa tilastolliseen tarkasteluun. Tulevissa vertailukokeissa sillä voitaisiin tutkia paremmin laboratorioiden sisäisiä tuloksia ja selvittää laskennallisella menetelmillä löytyviä poikkeamia. Vertailukokeet voitaisiin myös järjestää useammalle näytteelle kuten aikaisemmissakin kokeissa, jolloin Mandelin menetelmä, sekä toistettavuus että uusittavuus olisivat luotettavammat. Kahden näytteen vertailukokeissa nämä ovat vain suuntaa antavia ja niistä ei voi tehdä varmoja päätelmiä. Lisäksi raportointipohjassa voisi olla esitettynä haluttu tarkkuus vielä selkeämmin esillä tulosten ilmoituskohdassa.

Asiasanat: tilastollinen vertailu, vertailukokeet, kiviaines, kuulamylly, litteysluku, kiintotiheys

ABSTRACT

Tampereen ammattikorkeakoulu
Tampere University of Applied Sciences
Energy and Environmental Engineering
Degree Programme in Laboratory Engineering

KINNUNEN, VILLE:
Quality of Aggregates
Arrangement of a Precision Experiment and an Analysis of the Results

Bachelor's thesis 92 pages, appendices 13 pages
March 2019

This thesis was done for the Earth and Foundation Structures research team at Tampere University of Technology's Civil Engineering laboratory. The results of the thesis were part of the precision experiment by *Päällystealan neuvottelukunta* for the year 2018. 22 laboratories participated in the precision experiment. In those laboratories, ball mill tests were performed in accordance with the SFS-EN 1097-9 standard method by researching two test samples, from which two test specimens were tested. Flakiness index and particle density tests were done for the samples in the laboratories in accordance with the SFS-EN 933-3 and SFS-EN 1097-6 standard methods. These tests were used to explain the possible outliers in the ball mill results.

The aim was to perform statistical analysis for the test results with the numerical outlier technique using Cochran's and Grubbs' tests, and to calculate repeatability and reproducibility found in the ISO 5725-2:1994 standard method. Another purpose was to bring the graphical consistency technique to the statistical analysis by using Mandel's method. The small number of test samples turned out to be a problem for making reliable estimates and conclusions about the result of the statistical analysis. In addition, there were issues with the precision of reported laboratory test results, which were not sufficient for statistical analysis.

The ball mill test results were acceptable because there was only one straggler in the data according to Grubbs' test. All the standard deviations of the laboratories were acceptable according to Cochran's test. Repeatability and reproducibility were also in line with the SFS-EN 1097-9 standard. Only one straggler and one statistical outlier were found using Mandel's method, but those results were not discarded because the purpose of Mandel's method is to look for similarities in within-laboratory results, not to search for outliers.

After examining the results with different tests, the precision experiment was considered a success and that Mandel's method was found to bring added value to the statistical analysis. In future precision experiments, Mandel's method could be used to better analyze the within-laboratory results and to better research the outliers found with the numerical outlier technique. More test samples could be used in the future, which would make Mandel's method, and repeatability and reproducibility would be more trustworthy. The intended precision of the reported test results could also be more clearly indicated in the report layout.

Key words: statistical analysis, precision experiment, aggregates, ball mill, flakiness index, particle density

SISÄLLYS

LYHENTEET JA TERMIT

A_N	kuulamyllyarvo
FI	litteysluku (flakiness index)
fraktio	raekokolajite d_i/D_i ilmoitettuna alemman d_i ja ylemmän D_i seulakoon avulla
kriittinen arvo	raja-arvo, johon tilastollisessa tarkastelussa saatuja arvoja verrataan
MPR	Maa- ja pohjarakenteet
PANK ry	Päällystealan neuvottelukunta
r	toistettavuus (repeatability), saman suureen peräkkäisten mittaustulosten paikkansapitävyys, kun ne suoritetaan toistettavissa olosuhteissa lyhyellä aikavälillä samassa laboratoriossa
R	uusittavuus (reproducibility), saman suureen mittaustulosten yhtäpitävyys, kun ne suoritetaan samasta näytteestä, samalla menetelmällä eri laboratorioissa
TTY	Tampereen teknillinen yliopisto
vakiomassa	peräkkäisissä vähintään tunnin välein mitatuissa punnituksissa todettu massojen erotus on korkeintaan 0,1 %.
vaihteluväli	millä välillä tulosten arvot ovat, suurimman ja pienimmän tuloksen erotus
yksittäistestinäyte	yhteen määritykseen käytettävä näyte, kun testimenetelmä edellyttää ominaisuudesta useamman kuin yhden määrityksen

1 JOHDANTO

Tämä opinnäytetyö tehdään Tampereen teknillisen yliopiston Rakennustekniikan laboratorioon Maa- ja pohjarakenteiden tutkimusryhmälle. Opinnäytetyössä tarkastellaan laadunvarmistusta kiviaineksen ja asfaltin testausmenetelmille vertailukokeilla. Tavoitteena on määrittää testausmenetelmien toistettavuus ja uusittavuus vertailemalla laboratorioiden saamia arvoja keskenään.

Laboratorioiden käyttämien testausmenetelmien laadunvarmistus on oleellinen osa niiden toimintaa. Työssä perehdytään laadunvarmistuksen teoreettiseen taustaan kirjallisuuden avulla. Oleellisena osana työtä vertaillaan laboratorioiden vertailukokeiden tuloksia ISO 5725-sarjan standardien mukaan. Vertailukokeiden tuloksille lasketaan tilastolliset muuttujat, joiden avulla arvioidaan luotettavuutta. Laskenta-aineistona käytetään aikaisempien vertailukokeiden tuloksia sekä vuonna 2018 Tampereen Teknillisen yliopiston järjestämän vertailukokeen tuloksia.

Työn tuloksilla lisätään entisestään tietämystä kiviaineksen laadunvarmistuksesta ja tuo tulosten tilastolliseen tarkasteluun mukaan graafisen Mandelin menetelmän laskennallisen tarkastelun rinnalle. Opinnäytetyö lisää tietoa kiviaineksen laadun vaihtelusta ja laboratorioiden työskentelytapojen eroista.

2 LAADUNVARMISTUS

Laadunvarmistaminen tarkoittaa, että laboratoriossa toimitaan standardimenetelmien mukaan, sen laitteet on kalibroitu sekä tarkastettu ja siellä saadaan testeistä luotettavia tuloksia. Laadunvarmistus tehdään usein tilastollisella vertailulla joko laboratorion sisäisesti tai yhdessä muiden laboratorioiden kanssa vertailukokeilla. Oleellisena osana laadunvarmistusta on vertailu muiden laboratorioiden saamiin tuloksiin.

2.1 Tilastollinen vertailu

Tilastollisessa vertaillussa tarkastellaan laboratorioiden testituloksia. Laboratorioihin lähetetään identtiset tai niin samanlaiset näytteet kuin mahdollista riippuen testattavasta materiaalista (ISO 5725-2:1994, 3). Esimerkiksi vertailukoetta varten valmistettu kemiallinen näyteseos saadaan identtiseksi kaikille laboratorioille, kun taas kiviaineksista on mahdotonta saada identtisiä näyteitä eri laboratorioille kiviaineksen heterogeenisuudesta ja raekoon vaihtelusta johtuen, joten laboratorioihin jaetaan mahdollisimman samanlaiset näytteet.

Näytemateriaalia on lähetettävä riittävästi laboratorioille, koska on otettava huomioon mahdollinen testien uusiminen ja materiaalille tapahtuva hävikki testien yhteydessä. Testeille on asetettava aikaraja, mihin mennessä testien pitää olla suoritettuna. Tämä voi olla tarpeellista varsinkin, jos näyte on pilaantuvaa tai muuttuu ajan myötä. (ISO 5725-2:1994, 3)

Laboratoriot ottavat näytteistä osanäytteet eri testejä varten ja suorittavat näytteille testit menetelmästandardeja seuraten omien toimintatapojensa mukaan. Näytteet voidaan jakaa laboratorion sisällä yksittäistestinäytteisiin testimenetelmän sitä vaatiessa, jolloin on mahdollista tarkastella myös laboratorion sisäistä vaihtelua ja testimenetelmän toistettavuutta. Muuten tarkastellaan vain laboratorioiden välistä vaihtelua ja testimenetelmän uusittavuutta. (ISO 5725-2:1994, 3)

Yksittäistestinäytteisiin jaettaessa testintekijän on käsiteltävä niitä kuin ne olisivat eri näytteitä, vaikka hän tietääkin niiden olevan samaa näytettä. Testin tarkoituksena on määrittää millaisia eroavaisuuksia testituloksissa voi ilmetä testausvaiheessa. On huomioitava, ettei testintekijä antaisi aikaisempien testitulosten vaikuttaa seuraaviin testitulosten tulkintaan. Tällöin yksittäistestinäytteet voidaan nimetä niin, että testintekijä ei tiedä mistä näytteestä yksittäistestinäyte on. Tämä saattaa vaikeuttaa toistettavuusolosuhteiden pysymistä samoina toistojen välillä. Tämä on mahdollista vain, kun kaikkien näytteiden yksittäistestinäytteet pystytään mittaamaan lyhyessä aikavälissä. (ISO 5725-2:1994, 3)

Eri näytteet voidaan käsitellä eri päivinä, mutta samasta näytteestä otetut yksittäistestinäytteet täytyy testata lyhyessä aikavälissä. Testintekijän on oltava kokenut henkilö ja hänen toimenkuvaansa on kuuluttava kyseiset työtehtävät, joita vertailukokeessa tarkastellaan. Näin saadaan mahdollisimman luotettava testitulos laboratoriosta ja erot laboratorioiden välillä ei johtuisi kokemattomuudesta. Testintekijän on oltava sama testin kaikille näytteille, mutta tarvittaessa voi olla eri testintekijä eri näytteille. Testintekijän vaihdos on raportoitava testitulosten yhteydessä. Samasta näytteestä otetuilla yksittäistestinäytteillä on oltava sama testintekijä. Kaikki näytteet on tutkittava aina samalla laitteistolla ja yksittäistestinäytteitä tutkittaessa laitetta ei pidä uudelleen kalibroida yksittäistestinäytteiden välillä, ellei tämä ole oleellinen osa testinsuoritusta. (ISO 5725-2:1994, 3)

Tilastollisessa vertailussa testitulokset on ilmoitettava yhtä desimaalia tarkemmin kuin standardimenetelmässä (ISO 5725-2:1994, 3). Testituloksia tarkasteltaessa on otettava huomioon, että laboratorioiden lähettämät testitulokset eivät aina vastaa oletuksia. Testituloksia voi olla liikaa, niitä voi puuttua tai ne voivat olla virheellistä. Jos testituloksia on liikaa, pitää selvitettävä laboratoriosta, miksi näin tehtiin ja mitkä ovat oikeat testitulokset. Jos kaikki testitulokset kyseisestä laboratoriosta ovat päteviä, näistä valitaan satunnaisesti tarvittava määrä testituloksia vertailuun. Kokonaan puuttuvat testitulokset jätetään huomioimatta tarkastelussa ja osittain puuttuvat testitulokset voidaan ottaa mukaan, jos kyseinen tarkastelutapa mahdollistaa sen. Muussa tapauksessa nekin jätetään huomioimatta.

Virheelliset testitulokset pidetään mukana, jos ne eivät ole täysin sopimattomia muiden testitulosten kanssa. Selkeästi virheelliset testitulokset poistetaan aina. Jos samassa laboratoriossa on testituloksissa paljon virheitä, laboratorio voidaan todeta tilastollisesti virheelliseksi (statistical outlier) ja sen saamat testitulokset voidaan poistaa vertailusta joko kokonaan tai osittain. Testitulosten tai laboratorioiden poiston tarkastelusta päättä vertailukokeiden vastuuhenkilö. Virheelliset tulokset pitäisi aina tutkia ja joko korjata tai hylätä. (ISO 5725-2:1994, 7)

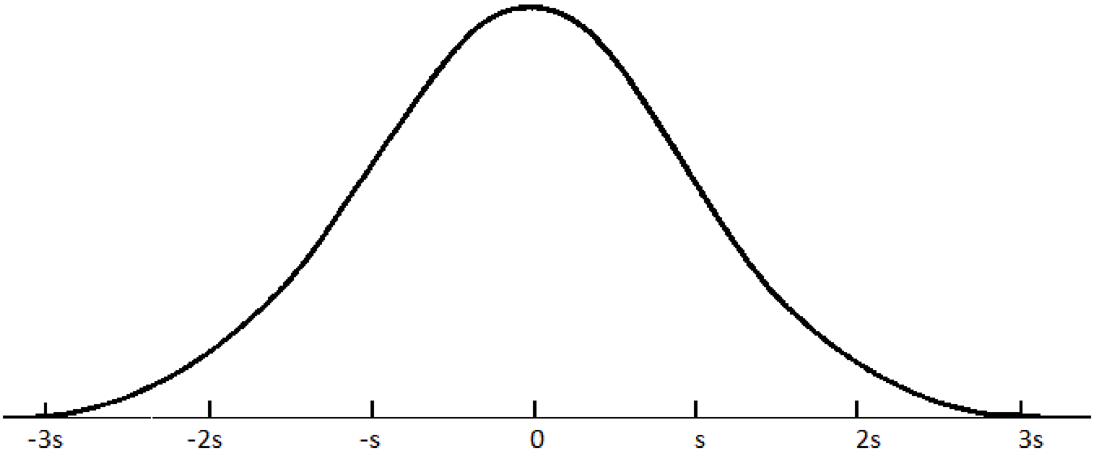
2.2 Tarkkuuden arviointi

Vertailukokeiden tarkkuutta voidaan arvioida laskennallisesti Cochranin ja Grubbsin testeillä tai graafisesti Mandelin menetelmällä. Näillä tutkitaan testituloksista mahdollisesti löytyviä tilastollisesti poikkeavia (straggler) tai tilastollisesti virheellisiä (statistical outlier) arvoja. Jos virheellisiä arvoja löytyy, tutkitaan johtuvatko ne teknisestä virheestä kuten testauksen aikana tapahtuneesta käsittelyvirheestä, laskuvirheestä, tulosten virheellisestä kirjaamisesta tai väärän näytteen analysoimisesta. Kun virheen aiheuttanut syy löydetään, virheellinen testitulos olisi korvattava oikealla arvolla. Jos virhettä ei pystytä selittämään, niin se hylätään tilastollisesti virheellisenä testituloksena ja poistetaan tarkastelusta, ellei vertailukokeiden vastuuhenkilöllä ole hyvää syytä pitää niitä tarkastelussa mukana. (ISO 5725-2:1994, 10) Tarkkuutta voidaan myös arvioida laskemalla testituloksista toistettavuus ja uusittavuus, joita voidaan verrata menetelmästandardeista löytyviin toistettavuuden ja uusittavuuden arvoihin, jos tällaiset standardista löytyvät (ISO 5725-2:1994, 13).

2.2.1 Cochranin testi

Cochranin testillä tutkitaan, onko jonkin laboratorion yksittäistestinäytteiden tuloksissa poikkeavan suuria keskihajontoja (Laaksonen, Laukkanen & Alkio 2008, 18). Cochranin testi keskittyy laboratorioiden sisäiseen testitulosten vaihteluun ja sillä tarkistetaan, että eroaako minkään laboratorion sisäiset testitulokset liikaa toisistaan. Cochranin testi tehdään ennen muita testejä. Jos tilastollisesti virheellisiä (statistical outlier) testituloksia löytyy, ne on korjattava tai poistettava. Cochranin testi uusitaan tarvittaessa tämän jälkeen, kunnes tilastollisesti virheellisiä testituloksia ei ilmene. (ISO 5725-2:1994, 11)

ISO 5725-2:1994 standardissa oletetaan, että laboratorioiden välillä on vain pieniä eroja laboratorioiden sisäisessä vaihtelussa. Muitakin kuin Cochranin testiä voitaisiin käyttää tähän tarkoitukseen, mutta se on valittu ISO 5725-2:1994 standardin mukaiseksi menetelmäksi. (ISO 5725-2:1994, 11) Cochranin testin oletuksena on, että testitulokset noudattavat normaalijakaumaa (kuvio 1).



KUVIO 1. Normaalijakauma

Cochranin testillä tutkitaan, onko suurimman keskihajonnan saaneen laboratorion keskihajonta liian suuri verrattuna muiden keskihajontaan. Keskihajonnan merkkinä käytetään yleensä σ, mutta tilastollisessa tarkastelussa se on s. Merkintä muutetaan, koska keskihajonta on arvioitu keskihajonta, eikä täysin tarkka. Keskihajonta kertoo kuinka paljon testitulokset eroavat keskimäärin keskiarvosta. (ISO 5725-2:1994, 2, 11) Laboratorioiden sisäinen ja välinen keskihajonta lasketaan arvioidulla keskihajonnalla kaavalla (1)

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(x_i - \bar{x})^2}\,, \tag{1}$$

missä s on otoskeskihajonta, n on toistomittausten lukumäärä (tai p on laboratorioiden määrä, jos lasketaan laboratorioiden välistä keskihajontaa), x_i on yksittäinen havaintoarvo ja $\bar{x}$ on otoskeskiarvo. Keskihajontaa merkitään s, eikä σ, koska se ei ole tarkka keskihajonta, vaan arvio. (ISO 5725-2:1994, 2, 9)

Keskihajonnan kaava (1) voidaan yksinkertaistaa muotoon kaava (2) kun lasketaan keskihajontaa kahden yksittäistestinäytteen välillä.

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{i=1}^{n}(y_i - \bar{y})^2}$$

$$n = 2$$

$$s = \sqrt{\frac{1}{2-1}\sum_{i=1}^{n}(y_i - \bar{y})^2}$$

$$= \sqrt{\sum_{i=1}^{n}(y_i - \bar{y})^2}$$

$$= \sqrt{(y_I - \bar{y})^2 + (y_{II} - \bar{y})^2}$$

$$= \sqrt{y_I^2 - 2y_I\bar{y} + \bar{y}^2 + y_{II}^2 - 2y_{II}\bar{y} + \bar{y}^2}$$

$$= \sqrt{y_I^2 + y_{II}^2 - 2y_I\bar{y} - 2y_{II}\bar{y} + 2\bar{y}^2}$$

$$\bar{y} = \frac{y_I + y_{II}}{2} \tag{2}$$

$$s = \sqrt{y_I^2 + y_{II}^2 - 2y_I\frac{y_I + y_{II}}{2} - 2y_{II}\frac{y_I + y_{II}}{2} + 2\left(\frac{y_I + y_{II}}{2}\right)^2}$$

$$= \sqrt{y_I^2 + y_{II}^2 - y_I(y_I + y_{II}) - y_{II}(y_I + y_{II}) + 2\frac{y_I^2 + 2y_Iy_{II} + y_{II}^2}{4}}$$

$$= \sqrt{y_I^2 + y_{II}^2 - y_I^2 - y_Iy_{II} - y_Iy_{II} - y_{II}^2 + y_Iy_{II} + \frac{y_I^2}{2} + \frac{y_{II}^2}{2}}$$

$$s = \sqrt{\frac{y_I^2}{2} + \frac{y_{II}^2}{2} - y_Iy_{II}} \qquad || \cdot 2$$

$$2s = 2\sqrt{\frac{y_I^2}{2} + \frac{y_{II}^2}{2} - y_Iy_{II}}$$

$$2s = \sqrt{4\left(\frac{y_I^2}{2} + \frac{y_{II}^2}{2} - y_Iy_{II}\right)}$$

.

.

.

.

.

.

$$2s = \sqrt{2y_I^2 + 2y_{II}^2 - 4y_I y_{II}} \qquad ||()^2$$

$$2^2 s^2 = 2y_I^2 + 2y_{II}^2 - 4y_I y_{II} \qquad ||:2$$

$$2s^2 = y_I^2 + y_{II}^2 - 2y_I y_{II}$$

$$2s^2 = (y_I - y_{II})^2 \qquad ||\sqrt{}$$

$$\sqrt{2}s = |y_I - y_{II}| \qquad ||:\sqrt{2}$$

$$s = \frac{|y_I - y_{II}|}{\sqrt{2}}$$

missä s on otoskeskihajonta, n on toistomittausten lukumäärä, y_i on yksittäistestinäyte, $\bar{y}$ on yksittäistestinäytteiden keskiarvo, y_I on yksittäistestinäyte 1 ja y_{II} on yksittäistestinäyte 2.

Cochranin testin statistiikka lasketaan kaavalla (3)

$$C = \frac{s_{max}^2}{\sum_{i=1}^{p} s_i^2}, \qquad (3)$$

missä C on Cochranin testin statistiikka, s_{max} on otannan suurin keskihajonta, p on laboratorioiden lukumäärä ja s_i on laboratorion sisäinenkeskihajonta. (ISO 5725-2:1994, 11)

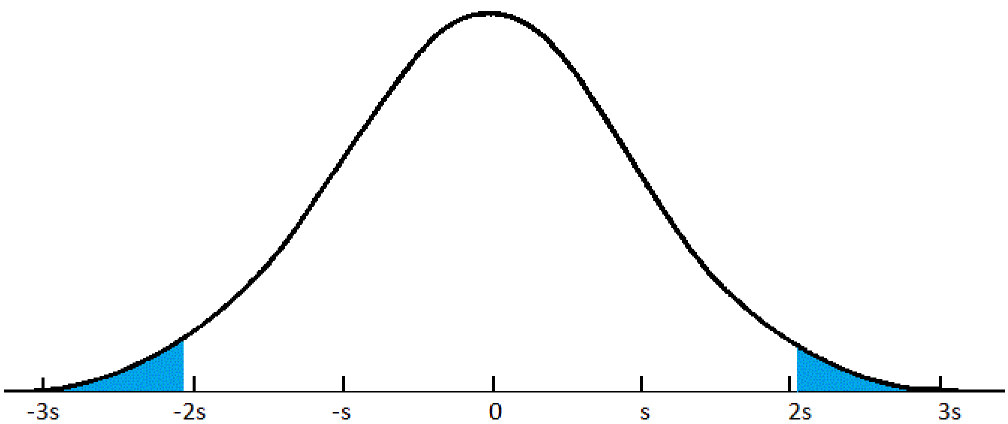
Cochranin testin statistiikkaa verrataan Cochranin testin kriittisiin arvoihin (liite 1) ja katsotaan, onko tulos tilastollisesti poikkeava (straggler) tai tilastollisesti virheellinen (statistical outlier). Jos Cochranin testin statistiikka on sama tai alle kuin sen 5 % kriittinen arvo, testattu osio hyväksytään virheettömäksi. Cochranin testin statistiikan ollessa yli sen 5 % kriittisen arvon, mutta sama tai alle sen 1 % kriittisen arvon, testatun osion katsotaan olevan tilastollisesti poikkeava ja tulos merkitään asteriskilla *. Cochranin testin statistiikan ollessa yli sen 1 % kriittisen arvon, testatun osion katsotaan olevan tilastollisesti virheellinen ja tulos merkitään kahdella asteriskilla **. (ISO 5725-2:1994, 11, 21)

Cochranin kriteeri soveltuu tarkasti vain niissä tilanteissa, kun keskihajonnat on johdettu samasta määrästä otantoja. Käytännössä voi tulla tilanteita, milloin näin ei ole puuttuvan tai hylättyjen testitulosten takia. ISO 5725-2:1994 standardissa oletetaan, että testit on organisoitu hyvin ja nämä vaihtelut ovat rajallisia ja ne voidaan sivuuttaa. Silloin Cochranin kriteeriä sovelletaan käyttäen sitä toistomittausten lukumäärää, mitä on valtaosassa testituloksissa ilmoitettu. (ISO 5725-2:1994, 11)

Cochranin kriteeri testaa ainoastaan suurimman keskihajonnan arvon. Se ei testaa onko jokin laboratorio saanut virheellisen testituloksen, jos sen toistomittaukset ovat olleet lähellä toisiaan ja niiden keskihajonta on ollut pieni. Tosin pienet keskihajonnan arvot voivat johtua testitulosten pyöristämisestä, milloin Cochranin testillä ei löydy poikkeavuuksia. Myöskään ei voida hylätä sellaisen laboratorion testituloksia, jonka keskihajonta oli suurempi kuin muiden, vain sen takia, koska siellä ilmoitettiin tulokset tarkemmin kuin muissa laboratorioissa. (ISO 5725-2:1994, 11)

2.2.2 Grubbsin testi

Grubbsin testillä tutkitaan, onko jonkin laboratorion yksittäistestinäytteiden keskiarvoissa poikkeavan suuria arvoja (Laaksonen, Laukkanen & Alkio 2008, 18). Grubbsin testillä voidaan tutkia, onko testitulosten ääriarvoissa tilastollisesti poikkeavia (straggler) tai tilastollisesti virheellisiä (statistical outlier) arvoja. Grubbsin testillä voidaan tutkia joko suurinta ja pienintä arvoa tai vaihtoehtoisesti kahta suurinta ja kahta pienintä arvoa. Grubbsin testin oletuksena on, että testitulokset noudattavat normaalijakaumaa. Yhden arvon tarkastelussa Grubbsin testillä tarkistetaan ovatko testitulosten ääriarvot normaalijakauman ääripäissä (kuvio 2). (ISO 5725-2:1994, 12)



KUVIO 2. Grubbsin testi tarkastelee sijoittuvatko testitulokset normaalijakauman ääripäihin

Ennen Grubbsin testin aloittamista kaikkien laboratorioiden testitulosten keskiarvot x_i, missä $i = 1, 2, \ldots, p$, olisi käytännön syistä hyvä järjestää nousevaan suuruusjärjestykseen. Tämä helpottaa laskemista ja kaavojen ymmärtämistä. Sen jälkeen tarkastellaan yksittäisiä arvoja ja selvitetään, onko suurin ja/tai pienin arvo virheellinen. (ISO 5725-2:1994, 12) Suurimman arvon Grubbsin statistiikka lasketaan kaavalla (4)

$$G_p = (x_p - \bar{x})/s\,, \tag{4}$$

missä G_p on suurimman arvon Grubbsin statistiikka, x_p on suurin arvo, $\bar{x}$ on otoskeskiarvo ja s on otoskeskihajonta. (ISO 5725-2:1994, 12)

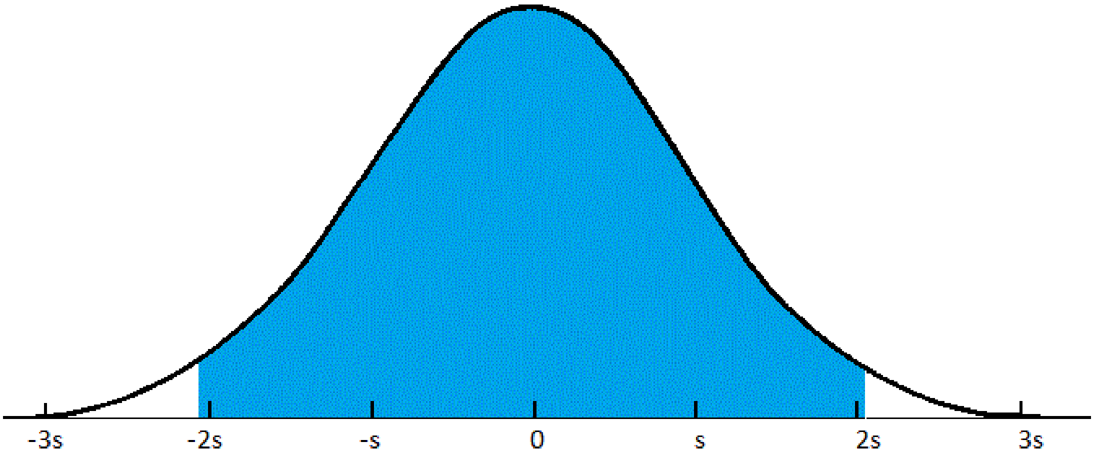
Pienimmän arvon Grubbsin statistiikka lasketaan kaavalla (5)

$$G_1 = (\bar{x} - x_1)/s\,, \tag{5}$$

missä G_1 on pienimmän arvon Grubbsin statistiikka, $\bar{x}$ on otoskeskiarvo, x_1 on pienin arvo ja s on otoskeskihajonta. (ISO 5725-2:1994, 12)

Grubbsin testin statistiikkaa verrataan Grubbsin testin kriittisiin arvoihin (liite 2) ja katsotaan, onko tulos tilastollisesti poikkeava (straggler) tai tilastollisesti virheellinen (statistical outlier). Grubssin testin statistiikkaa luetaan samalla tavalla kuin Cochranin testin sekä tulokset indikoidaan samalla tavalla. (ISO 5725-2:1994, 12, 22)

Kun tarkastellaan kahta suurinta ja/tai kahta pienintä arvoa Grubbsin testillä, tutkitaan ovatko muut arvot poissa normaalijakauman ääripäistä, kun kaksi suurinta tai pienintä arvoa poistetaan tarkastelusta (kuvio 3). (ISO 5725-2:1994, 12)



KUVIO 3. Kahta ääriarvoa tarkasteltaessa Grubbsin testi tarkastelee pysyvätkö muut arvot poissa normaalijakauman ääripäistä

Kun tarkastellaan kahta suurinta arvoa, Grubbsin testin statistiikka lasketaan kaavalla (6)

$$G_{p-1,p} = s_{p-1,p}^2 / s_0^2 \,, \tag{6}$$

missä

$$s_0^2 = \sum_{i=1}^{p} (x_i - \bar{x})^2 \,, \tag{7}$$

ja

$$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2 \,, \tag{8}$$

missä

$$\bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_i \,, \tag{9}$$

joissa $G_{p-1,p}$ on Grubbsin statistiikka tarkastellessa onko kaksi suurinta havaintoarvoa virheellisiä, $s_{p-1,p}^2$ on varianssi ilman kahta suurinta havaintoarvoa, s_0^2 on otosvarianssi,

p on laboratorioiden lukumäärä, x_i on yksittäinen havaintoarvo, $\bar{x}$ on otoskeskiarvo ja $\bar{x}_{p-1,p}$ on keskiarvo ilman kahta suurinta havaintoarvoa. (ISO 5725-2:1994, 12)

Kun tarkastellaan kahta pienintä arvoa, Grubbsin testin statistiikka lasketaan kaavalla (10)

$$G_{1,2} = s_{1,2}^2/s_0^2 \,, \tag{10}$$

missä

$$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^{p} (x_i - \bar{x}_{1,2})^2 \,, \tag{11}$$

missä

$$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=3}^{p} x_i \,, \tag{12}$$

joissa $G_{1,2}$ on Grubbsin statistiikka tarkastellessa onko kaksi pienintä havaintoarvoa virheellisiä, $s_{1,2}^2$ on varianssi ilman kahta pienintä havaintoarvoa, s_0^2 on otosvarianssi, p on laboratorioiden lukumäärä, x_i on yksittäinen havaintoarvo ja $\bar{x}_{1,2}$ on keskiarvo ilman kahta suurinta havaintoarvoa. (ISO 5725-2:1994, 12)

Kahta ääriarvoa tarkasteltaessa Grubbsin statistiikalla poikkeavat tulokset saavat suuremman arvon ja niitä verrataan Grubbsin testin kriittisiin arvoihin (liite 2) ja katsotaan, onko tulos tilastollisesti poikkeava (straggler) tai tilastollisesti virheellinen (statistical outlier). Jos Grubbsin testin statistiikka on sama tai yli kuin sen 5 % kriittinen arvo, testattu osio hyväksytään virheettömäksi. Grubbsin testin statistiikan ollessa alle sen 5 % kriittisen arvon, mutta sama tai yli sen 1 % kriittisen arvon, testatun osion katsotaan olevan tilastollisesti poikkeava ja tulos merkitään asteriskilla *. Grubbsin testin statistiikan ollessa alle sen 1 % kriittisen arvon, testatun osion katsotaan olevan tilastollisesti virheellinen ja tulos merkitään kahdella asteriskilla **. (ISO 5725-2:1994, 12, 22)

2.2.3 Mandelin menetelmä

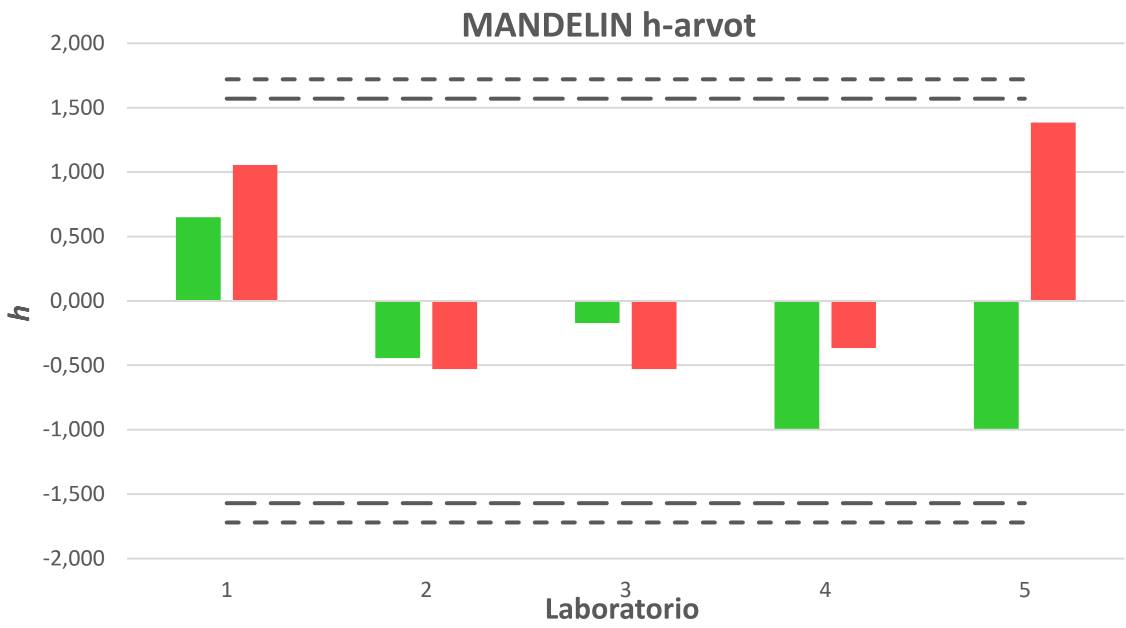
Mandelin menetelmässä käytetään h- ja k-statistiikkaa, joista h-statistiikalla tutkitaan laboratorioiden tulosten sisäisen keskiarvon eroa näytteen keskiarvosta ja k-statistiikalla verrataan laboratorioiden sisäisiä keskihajontoja keskenään. Menetelmässä muutetaan laboratorioiden tulosten sisäiset keskiarvot ja keskihajonnat h- ja k-arvoiksi, milloin eri laboratorion näytteiden tulokset ovat vertailukelpoisia keskenään vaikka niillä olisi eroa tulosten vaihteluvälissä. Siten voidaan tarkastella laboratoriota siellä saatujen tulosten perusteella ja katsoa laboratorio kohtaisesti onko eri näytteiden tuloksissa yhtäläisyyksiä, jotka voisivat selittää laboratorion poikkeavia tuloksia. Lisäksi statistiikan arvoja voidaan verrata kriittisiin arvoihin (liite 3), jolloin voidaan tarkastella, onko laboratorion arvot tilastollisesti poikkeavia (straggler) niiden ollessa yli 5 % kriittisen arvon tai tilastollisesti virheellisiä (statistical outlier) niiden ollessa yli 1 % kriittisen arvon.

Mandelin menetelmässä h-statistiikalla tutkitaan laboratorioiden välistä johdonmukaisuutta ja siinä verrataan laboratorioiden sisäisen keskiarvon eroa näytteen keskiarvoon. Sillä tutkitaan saako joku laboratorio kaikista näytteistä tasaisesti keskiarvosta huomattavasti pienempiä tai suurempia tuloksia, milloin laboratoriossa käytettävässä menetelmässä voisi olla jotain korjattavaa. Jos laboratorion näytteiden tulosten sisäiset keskiarvot eroavat huomattavasti molempiin suuntiin niiden ollessa pienempiä ja suurempia, voidaan olettaa laboratorion tarkkuudessa olevan ongelmia. (ISO 5725-2:1994, 9-10) Mandelin h-statistiikka lasketaan kaavalla (13)

$$h_i = \frac{x_i - \bar{x}}{\sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2}}, \tag{13}$$

missä h_i on laboratorion h-arvo, x_i on laboratorion sisäinen keskiarvo, $\bar{x}$ on koko näytteen keskiarvo ja p on laboratorioiden lukumäärä. (ISO 5725-2:1994, 9)

Kun kaikille laboratoriolle on laskettu h-arvo jokaisesta näytteestä, siitä voidaan piirtää kaavio ja verrata laboratorioiden arvoja kriittisiin arvoihin (liite 3) sekä tarkastella löytyykö laboratorioiden sisäisistä tuloksista yhtäläisyyksiä (kuvio 4). Kaaviossa (kuvio 4) näyte 1 on esitetty vihreällä palkilla, näyte 2 punaisella palkilla, 5 % kriittinen arvo pitkällä katkoviivalla ja 1 % kriittinen arvo lyhyellä katkoviivalla.



KUVIO 4. Mandelin h-arvojen esimerkkikaavio

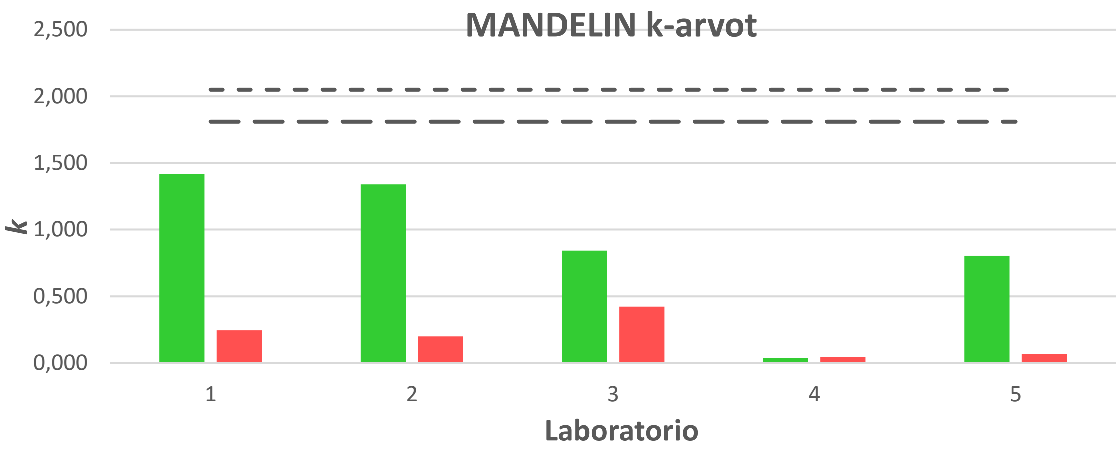
Esimerkkikaaviosta (kuvio 4) voidaan tulkita kaikkien laboratorioiden tulosten olleen hyväksyttäviä niiden h-arvojen ollessa alle 5 % kriittisen arvon. Esimerkkilaboratorion 5 sisäisten keskiarvojen h-arvot erosivat näytteiden keskiarvosta eri suuntiin, joten laboratorion tarkkuuteen olisi kiinnitettävä huomiota.

Mandelin menetelmässä k-statistiikalla tutkitaan laboratorion sisäistä johdonmukaisuutta ja verrataan laboratorioiden sisästä keskihajontaa laboratorioiden välillä. Menetelmällä vertaillaan saako jokin laboratorio huomattavan suuri keskihajontoja useimmilla näytteillä, jolloin laboratoriossa olisi kiinnitettävä huomiota tarkkuuteen. Sillä voidaan myös tarkastella näytteitä. Esimerkiksi, jos jonkin näytteen keskihajonta on korkea melkein kaikilla laboratorioilla, näyte ei sovellu vertailukokeeseen sen ollessa liian epätasalaatuista. (ISO 5725-2:1994, 10) Mandelin k-statistiikka lasketaan kaavalla (14)

$$k_i = \frac{s_i\sqrt{p}}{\sqrt{\sum_{i=1}^{p} s_i^2}}, \tag{14}$$

missä k_i on laboratorion k-arvo, s_i on laboratorion sisäinen keskihajonta ja p on laboratorioiden lukumäärä. (ISO 5725-2:1994, 9)

Kun kaikille laboratoriolle on laskettu k-arvo jokaisesta näytteestä, siitä voidaan piirtää kaavio ja verrata laboratorioiden arvoja kriittisiin arvoihin (liite 3) sekä tarkastella löytyykö laboratorioiden sisäisistä tuloksista yhtäläisyyksiä (kuvio 5). Kaaviossa (kuvio 5) näyte 1 on esitetty vihreällä palkilla, näyte 2 punaisella palkilla, 5 % kriittinen arvo pitkällä katkoviivalla ja 1 % kriittinen arvo lyhyellä katkoviivalla.

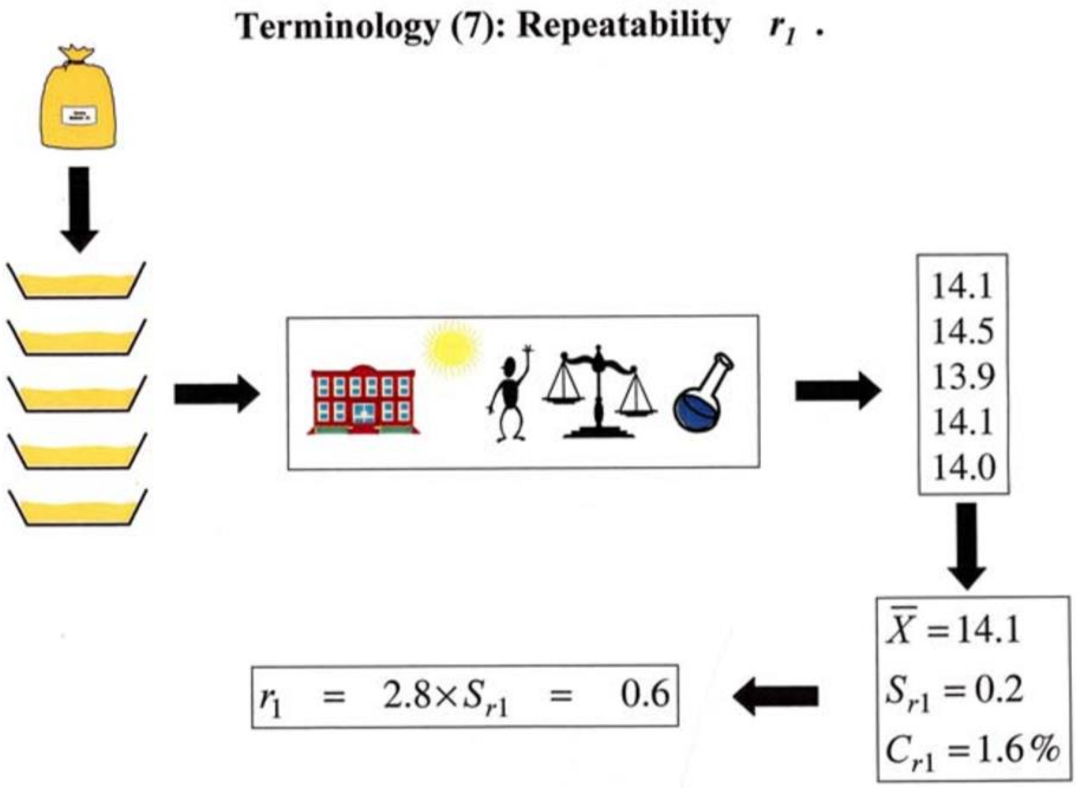


KUVIO 5. Mandelin k-arvojen esimerkkikaavio

Esimerkkikaaviosta (kuvio 5) voidaan tulkita kaikkien laboratorioiden tulosten olleen hyväksyttäviä niiden h-arvojen ollessa alle 5 % kriittisen arvon. Esimerkkinäyte 1 sai huomattavan korkeat k-arvot useimmilla laboratorioilla, joten sen soveltuvuutta vertailukokeeseen on pohdittava.

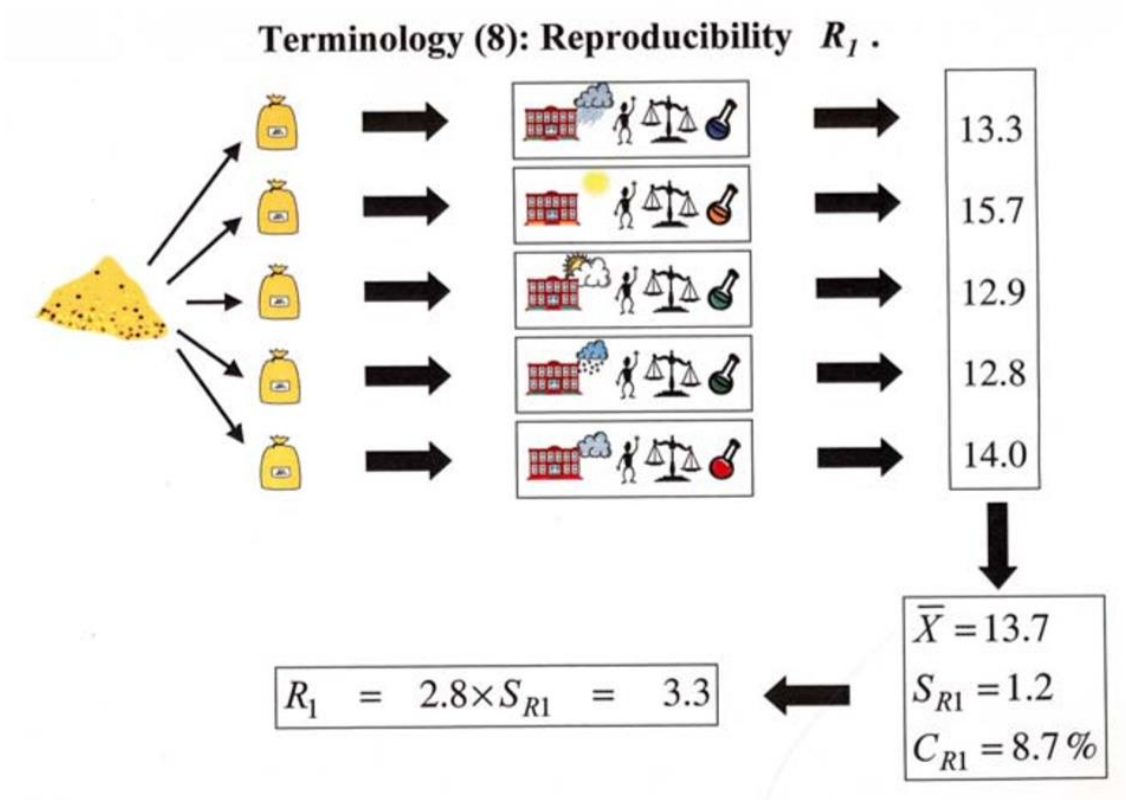
2.2.4 Toistettavuus ja uusittavuus

Toistettavuudella tarkoitetaan täsmällisyyttä, kun havaintoarvojen määritys tehdään toistettavuusolosuhteissa. Toistettavuusolosuhteilla (kuva 1) tarkoitetaan, että määrityksen tekee sama tekijä, samoilla laitteilla, samasta materiaalista samoilla reagensseilla ja mittatavoilla lyhyessä aikavälillä samassa ympäristössä (sama laboratorio, sama lämpötila jne.). (MIKES 2005, 37) Samaksi tekijäksi voidaan hyväksyä työryhmä, jos se työskentelee yhdessä ja jokainen on vastuussa tietystä testin työvaiheesta. Lyhyellä aikavälillä tarkoitetaan tapausta, jossa kokeen suorittaminen kestää viikkoja, kuukausia tai vähemmän riippuen testistä, kunhan testitulokset on saatu toistettavissa olosuhteissa eli kokeet on aloitettu lyhyen aikavälin kuluessa toisistaan ja ne lopetetaan lyhyen aikavälin kuluessa toisistaan. (SFS EN 932-6, 4) Toistettavuudella määritetään saman mitattavan suureen peräkkäisten testitulosten paikkansapitävyys, kun mittaukset suoritetaan lyhyellä aikavälillä toistettavissa olosuhteissa eli toistettavuus kuvaa laboratorion sisäistä tarkkuutta (Laaksonen, Laukkanen & Alkio 2008, 12).



KUVA 1. Toistettavuus (Tiehallinto, 2008)

Uusittavuudella tarkoitetaan sitä täsmällisyyttä, kun mittaukset suoritetaan samasta näytteestä, samalla menetelmällä eri laboratorioissa eri laitteiden välillä (kuva 2). Testimenetelmien uusittavuutta tutkitaan laboratorioiden välisin vertailukokein. Yksittäisen laboratorion sisäistä uusittavuutta sen käyttämästä testimenetelmästä voidaan tutkia tekemällä pitkän ajan kuluessa useita määrityksiä samasta näytteestä. (MIKES 2005, 37) Uusittavuudella määritetään saman mitattavan suureen testitulosten yhtäpitävyys, kun mittaukset suoritetaan samasta näytteestä, samalla menetelmällä eri laboratorioissa (Laaksonen, Laukkanen & Alkio 2008, 12).



KUVA 2. Uusittavuus (Tiehallinto 2008)

Tilastollisessa vertailussa lasketaan jokaiselle tutkittavalle testimenetelmälle toistettavuus ja uusittavuus ilman Cochranin ja Grubbsin testillä poistettuja havaintoarvoja (Laaksonen, Laukkanen & Alkio 2008, 18). Saatua toistettavuutta ja uusittavuutta voidaan verrata menetelmästandardeista usein löytyviin toistettavuuden ja uusittavuuden arvoihin.

Toistettavuuden ja uusittavuuden varianssit s_r^2 ja s_R^2 saadaan laskettua ISO 5725-2:1994 standardin avulla, joista voidaan laskea toistettavuus r ja uusittavuus R laskemalla neliöjuuri niiden varianssista ja kertomalla se SFS-EN 932-6 standardista saadulla lukuarvolla 2,8, jolla saadaan menetelmän toistettavuus ja uusittavuus 95 % todennäköisyydellä. Näin toistettavuudelle saadaan kaava (15)

$$r = \sqrt{s_r^2} \cdot 2{,}8\,, \tag{15}$$

missä

$$s_r^2 = \frac{\sum_{i=1}^{p}(n_i - 1)s_i^2}{\sum_{i=1}^{p}(n_i - 1)}\,, \tag{16}$$

joissa r on menetelmän toistettavuus, s_r^2 on toistettavuusvarianssi, 2,8 on muuntokerroin, p on laboratorioiden lukumäärä, n_i on toistomittausten lukumäärä ja s_i on sisäinenkeskihajonta. (SFS-EN 932-6, 4) (ISO 5725-2:1994, 13)

Uusittavuus lasketaan kaavalla (17)

$$R = \sqrt{s_R^2} \cdot 2{,}8\,, \tag{17}$$

missä

$$s_R^2 = s_r^2 + s_L^2\,, \tag{18}$$

missä

$$s_L^2 = \frac{s_d^2 - s_r^2}{\bar{\bar{n}}}\,, \tag{19}$$

missä

$$\bar{\bar{n}} = \frac{1}{p-1}\left[\sum_{i=1}^{p} n_i - \frac{\sum_{i=1}^{p} n_i^2}{\sum_{i=1}^{p} n_i}\right], \tag{20}$$

ja

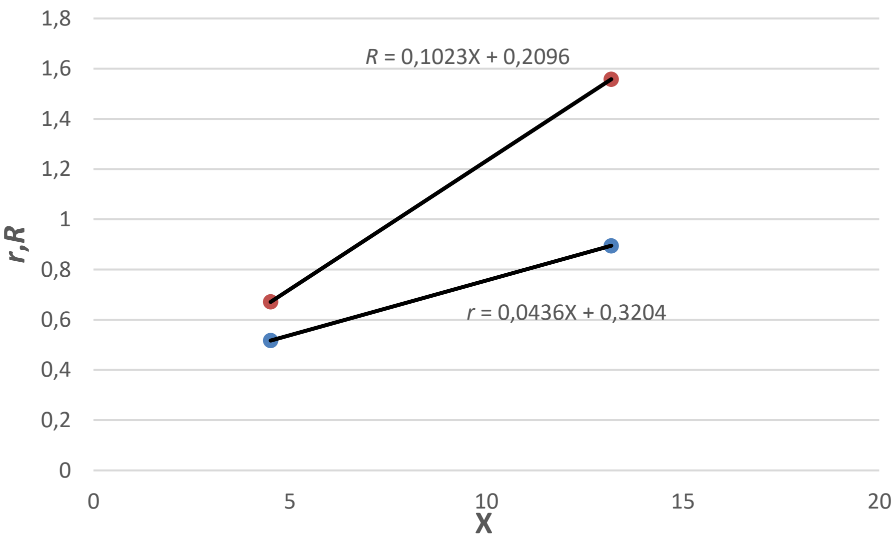
$$s_d^2 = \frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p} n_i (x_i - \bar{\bar{x}})^2\,, \tag{21}$$

missä

$$\bar{\bar{x}} = \frac{\sum_{i=1}^{p} n_i x_i}{\sum_{i=1}^{p} n_i}\,, \tag{22}$$

joissa R on menetelmän uusittavuus, s_R^2 on uusittavuusvarianssi, 2,8 on muuntokerroin, s_r^2 on toistettavuusvarianssi, s_L^2 on laboratorioiden välinen varianssi, $\bar{\bar{n}}$ on toistomittausten lukumäärän kehitetty keskiarvo, p on laboratorioiden lukumäärä, n_i on toistomittausten lukumäärä, s_d^2 on otosvarianssi, x_i on toistomittausten keskiarvo ja $\bar{\bar{x}}$ on toistomittausten kehitetty keskiarvo (painotettu aritmeettinen keskiarvo). (SFS-EN 932-6, 4) (ISO 5725-2:1994, 13-14)

Menetelmästandardin testille lasketaan yleensä useampi toistettavuuden ja uusittavuuden tulos eri näytteistä, jonka jälkeen niistä piirretään kuvaaja sijoittamalla havaintoarvot kuvaajaan näytteen toistettavuuden ja uusittavuuden arvot suhteessa otoskeskiarvoon ja piirtämällä suuntaviiva kulkemaan mahdollisimman lähellä havaintoarvoja. Suuntaviivojen kaavoista (kulmakerroin ja leikkauspiste) saadaan kaavat toistettavuudella ja uusittavuudelle (kuvio 6). (ISO-5725-2:1994, 14, 41)



KUVIO 6. Toistettavuuden ja uusittavuuden esimerkkikuvaaja

Kuvaajasta saatuja toistettavuuden ja uusittavuuden kaavoja voidaan verrata standardeista löytyviin kaavoihin ja laskea niiden avulla arvoja tuloksille, joiden välillä standardin toistettavuus ja uusittavuus ovat määritetty. Vertaamalla testin ja standardin toistettavuuden ja uusittavuuden kaavoilla laskettuja tuloksia keskenään voidaan nähdä alittavatko testin tulokset standardin arvot eli ovatko toistettavuus ja uusittavuus paremmat kuin standardissa esitetyt.

3 MITTAUS- JA MÄÄRITYSMENETELMÄT

Vuonna 2018 PANK-laboratoriotoimikunnan järjestämiin vertailukokeisiin osallistui 22 laboratoriota. Tampereen teknillisen yliopiston Maa- ja pohjarakenteiden yksikkö vastasi vertailukokeiden järjestämisestä ja tulosten tarkastelusta. Vuoden 2018 vertailukokeissa tarkasteltiin SFS-EN 1097-9 kuulamyllystandardin ja SFS-EN 933-3 litteyslukustandardin mukaisia testejä. Näitä tuloksia tarkasteltiin ISO 5725-2:1994 standardin mukaisesti tilastollisella menetelmällä.

Lisäksi laboratoriot olivat ilmoittaneet kiviaineksista mittaamansa kiintotiheyden, jonka avulla määritetään kuulamyllytestin testinäytteiden massat ja siten kiintotiheys voi vaikuttaa kuulamyllytestissä saatuihin tuloksiin. Opinnäytetyössä tarkasteltiin myös litteyslukua, koska sen avulla voidaan tarkastella, aiheutuuko laboratorion kuulamyllytestin mahdollinen tilastollisesti poikkeava (staggler) tai tilastollisesti virheellinen (statistical outlier) tulos litteysluvun vaihtelusta. Laboratorioiden litteysluvun raekokolajitteisiin jaon seulonnasta pystyttiin tekemään seulonnassa käytettyjen seulojen kiviaineksen läpäisykäyrät jokaiselle laboratoriolle, jonka avulla tarkasteltiin laboratorioiden litteysluvun mahdollista tilastollisesti poikkeavaa tai tilastollisesti virheellistä tulosta.

3.1 Seulonta

Laboratorioseulat voivat olla aukon koosta riippuen reikä- tai verkkoseuloja. Reikäseulat muodostuvat levystä, jossa on symmetrisesti samanlaisia neliömäisiä aukkoja (kuva 3). Verkkoseulat taas muodostuvat ristikkäin kudotuista langoista, jotka muodostavat neliömäisiä aukkoja (kuva 3). Seulojen aukot saavat olla vain neliömäisiä. Seulojen pitää olla reikäseuloja, kun aukkokoko on 4 mm tai suurempi. Alle 4 mm seulojen tulee olla verkkoseuloja. Myös suuremmat seulat voivat olla verkkoseuloja, jos on voitu osoittaa korrelaatio reikäseuloilla saatuihin tuloksiin. (SFS-EN 933-2, 3)

KUVA 3. Reikä- ja verkkoseula

Näytemateriaali jaetaan seulasarjan avulla useisiin kooltaan yhä pieneneviin raekokoluokkiin. Seulojen lukumäärä ja aukkojen koot valitaan näytteen ominaisuuksien ja vaadittavan tarkkuuden mukaisesti. (SFS-EN 933-1, 5). Raekokolajite ilmoitetaan muodossa d_i/D_i, missä d_i on lajitteen pienin raekoko ja D_i on suurin raekoko, eli kiviaines läpäisee suuremman seulan D_i, mutta jää pienemmälle seulalle d_i. (SFS-EN 933-3, 4). Esimerkiksi raekokolajitteen ollessa $16/20$ mm, rakeet läpäisevät 20 mm seulan, mutta jäävät 16 mm seulalle.

Seulonnassa on käytettävä oikean kokoista testinäytettä, jonka koon määrittää näytteen maksimi raekoko (taulukko 1). Testinäytteen koon on oltava suurempi kuin vähimmäiskoko. Kiviaineksille, joilla on suurempi kiintotiheys kuin $3{,}00\ \mathrm{Mg/m^3}$, tarvittava korjaus testinäytteiden massoihin tehdään tiheyksien suhteessa siten, että saadaan likimäärin tilavuudeltaan yhtä suuri näyte. (SFS-EN 933-1, 5-6)

TAULUKKO 1. Testinäytteiden vähimmäiskoot seulonnassa

Raekoko D_i (korkeintaan) mm	Kiviainesten massa kg	Kevytkiviainesten tilavuus (litraa)
90	80	-
32	10	2,1
16	2,6	1,7
8	0,6	0,8
≤ 4	0,2	0,3

Testinäytteen koon ollessa pienempi kuin taulukossa 1 esitetty arvo voi testimenetelmän tarkkuus heikentyä. Tällöin testinäytteen massa olisi kirjattava testiraporttiin. (SFS-EN 933-1, 5) Muille alle 90 mm reakoolle testinäytteen vähimmäismassa interpoloidaan taulukon 1 massoista kaavalla (23)

$$M\ \text{kg} = (D_i/10)^2\,, \tag{23}$$

missä M on testinäytteen vähimmäismassa kilogrammoina ja D_i on suurin raekoko millimetreinä. (SFS-EN 933-1, 5)

3.2 Kiintotiheys

Kiviaineksen kiintotiheys on näytteen massan suhde sen syrjäyttämään vesimäärän massaan. Kiintotiheys määritetään verkkokorimenetelmällä tai pyknometrimenetelmällä. Yleensä verkkokorimenetelmää käytetään kiviaineksille, jotka läpäisevät 63 mm testiseulan ja jäävät 31,5 mm testiseulalle, ja pyknometrimenetelmää kiviaineksille, jotka läpäisevät 31,5 mm testiseulan ja jäävät 0,063 mm testiseulalle. Verkkokorimenetelmää voidaan myös käyttää vaihtoehtona pyknometrimenetelmälle kiviaineksilla, jotka läpäisevät 31,5 mm testiseulan ja jäävät 4 mm testiseulalle. Jos testin tulos on kiistanalainen, tulisi pyknometrimenetelmää käyttää referenssimenetelmänä. (SFS-EN 1097-6, 4) Kuulamyllytestin kiintotiheyden määrityksessä käytetään yleensä verkkokorimenetelmää SFS-EN 1097-6 liitteen A mukaan (SFS-EN 1097-9, 8).

Kiintotiheys lasketaan massan suhteesta tilavuuteen. Massa määritetään punnitsemalla testinäyte ja tilavuus määritetään sen veden massasta, jonka näyte syrjäyttää verkkokorimenetelmässä. Verkkokorin on oltava korroosion kestävä rei'itetty astia, jonka läpi vesi pääsee hyvin kulkeutumaan näytteeseen (kuva 4). Veden pitää olla lämpötilaltaan 22 ± 3 °C ja vapaa epäpuhtauksista ja liuenneesta ilmasta, joka voisi vaikuttaa huomattavasti tiheyteen. Veden on oltava tarpeeksi isossa säiliössä, johon verkkokorin voi vapaasti upottaa siten, että sen ja säiliön seinämien väliin jää vähintään 50 mm tilaa. (SFS-EN 1097-6, 6-7)

KUVA 4. MPR-laboratoriossa käytössä oleva verkkokori

Kun näyte on punnittu sekä ilmassa että vedessä, kiintotiheys lasketaan kaavalla (24)

$$\rho_p = \rho_w \frac{M_1}{M_1 - (M_2 - M_3)}, \tag{24}$$

missä ρ_p on kiintotiheys megagrammoina kuutiometriä kohden, ρ_w on veden tiheys megagrammoina kuutiometriä kohden, M_1 on näytteen kuivapaino grammoina, M_2 on näytteen upotettu paino grammoina ja M_3 on verkkokorin upotettu paino tyhjänä. Tulos ilmoitetaan kahden desimaalin tarkkuudella. (SFS-EN 1097-6, 11)

3.3 Kuulamylly

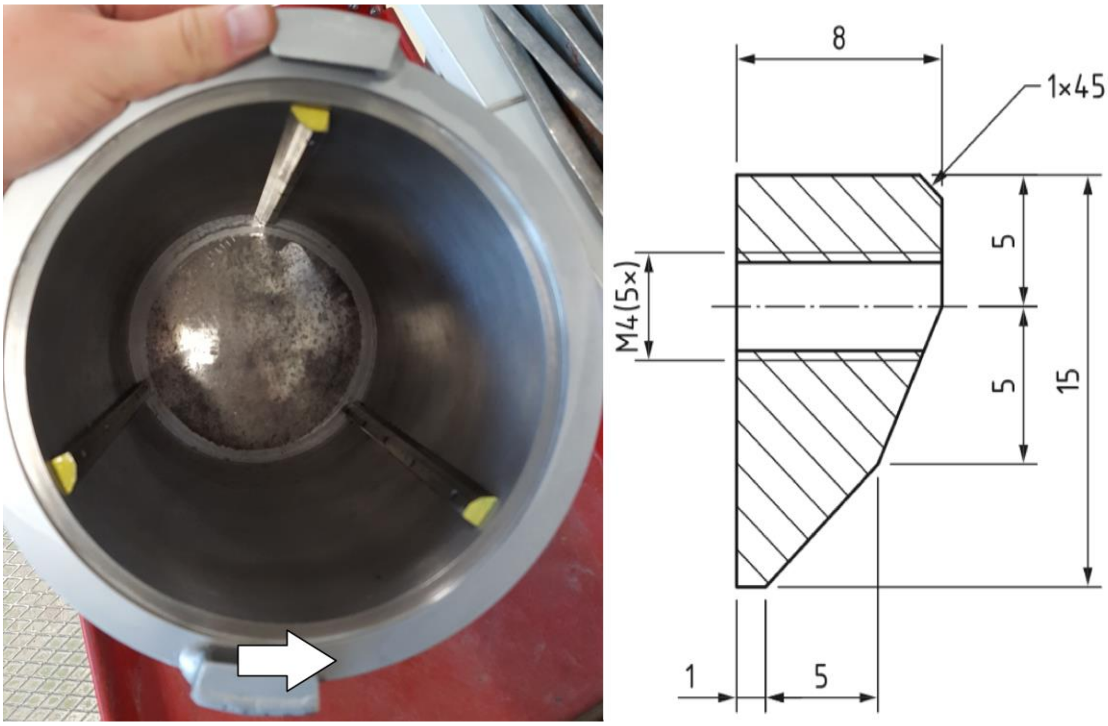
Kuulamyllyjä käytetään materiaalin kuluttamiseen tai murskaamiseen. Kuulamyllyn toimintaperiaate perustuu pyörivään rumpuun, jonka sisällä murskattava materiaali pyörii yhdessä kuulien kanssa. Myllyn pyöriessä kuulat nousevat sylinterin sisäpuolta pitkin ylöspäin tippuen murskattavan materiaalin päälle. Kuulien aiheuttama impakti jauhettavaan materiaaliin aiheuttaa sen kulumista ja murskautumista. Kuulamyllyn pyörimisnopeus on riippuvainen myllyn halkaisijasta ja kuulien painosta. Liian suuri pyörimisnopeus estää kuulien tippumisen sylinterin seinästä materiaalin päälle ja liian pieni taas ei saa kuulia nousemaan sylinterin seinää pitkin. (Lynch & Rowland 2009, 107, 109, 114, 121, 124)

Kiviaineksen ominaisuuksia testataan kuulamyllyllä kuten kulutuskestävyyttä. Vertailukokeessa keskityttiin SFS-EN 1097-9 standardiin, jolla määritetään kiviaineksen nastarengaskulutuskestävyyttä. Nastarengaskulutuskestävyys on tärkeää määrittäessä kiviaineksen soveltuvuutta asfalttikäyttöön pohjoismaissa.

Kuulamylly koostuu veden pitävästä ontosta rummusta, joka on valmistettu saumattomasta teräsputkesta (kuva 5). Rummun pohja on suljettu ja yläosan tulee olla suljettavissa vähintään $8{,}0\ \mathrm{mm}$ kannella. Rummun sisähalkaisija on $206{,}5 \pm 2{,}0\ \mathrm{mm}$ ja sisäpituus pohjan reunasta kannen reunaan mitattuna 335 ± 1 mm. Rummun seinämän paksuus tulee olla vähintään $6{,}0$ mm. (SFS-EN 1097-9 2014, 6)

KUVA 5. Kuulamylly nostettuna täyttöasentoon kannen ollessa kiinni

Rummun sisäpinnalla on tasavälein laitettu kolme teräspalkkia (kuva 6). Jokaisen palkin pituus on 333 ± 1 mm, leveys on $15{,}0 \ \pm 0{,}5$ mm ja korkeus on $8 \pm 0{,}5$ mm. Teräspalkit ovat muotoiltu pyörimissuuntaan viistosti pudotusreunan ollessa pystysuora. Pudotus reuna on hiottu $1 \pm 0{,}5$ mm leveydeltä koko pituudelta $45°$ kulmaan (kuva 6). Kuvasta 6 voidaan nähdä myös tarkemmin teräspalkin yksityiskohdat. Palkit ovat kiinnitetty rumpuun vähintään kolmella M4-uppokantaruuvilla. Ennen käyttöönottoa kuulamyllylle ja palkeille tulee suorittaa esikulutus, jonka kesto on 24 ± 1 tuntia. Palkkien tehtävä on tehostaa kiviaineksen ja teräskuulien sekoittumista nostamalla niitä rummun pyöriessä irti reunasta. (SFS-EN 1097-9 2014, 7-8)



KUVA 6. Teräspalkkien sijoittelu ja muoto, valkoinen nuoli kertoo rummun pyörimissuunnan

Kuulamyllyssä pyöritetään noin 1 kg tasarakeista $11{,}2 - 16{,}0$ mm kiviainesnäytettä teräsrummussa yhdessä hiontakuorman kanssa. Hiontakuorma sisältää 7000 ± 10 g teräskuulia, joiden halkaisija on $15{,}0 + 0{,}1/{-0{,}5}$ mm, ja $2{,}00 \pm 0{,}01$ l vettä. Kovuudeltaan kuulat ovat standardin ISO 3290-1 mukaisesti 60 HRC ja 67 HRC välillä. (SFS-EN 1097-9 2014, 6-7) Rumpua pyöritetään 5400 ± 10 kierrosta nopeudella 90 ± 3 kierrosta minuutissa. Käytössä rumpu on kyljellään akselien päällä, joita sähkömoottori pyörittää. (SFS-EN 1097-9 2014, 9)

Kuulamyllytestissä käytettävä kiviainesnäyte valmistetaan $11{,}2/14$ mm ja $14/16$ mm fraktioista. Näytemäärä riippuu kiviaineksen kiintotiheydestä eli ominaispainosta. Ominaispainosta johtuva korjaus lasketaan kaavoilla (25 & 26) erikseen kummallekin fraktiolle

$$m_1(11{,}2/14)\ \mathrm{g} = \frac{650 \cdot \rho_p}{2{,}65} \tag{25}$$

ja

$$m_2(14/16)\ \mathrm{g} = \frac{350 \cdot \rho_p}{2{,}65}, \tag{26}$$

joissa $m_1(11{,}2/14)$ on $11{,}2/14$ mm fraktion massa grammoina, $m_2(14/16)$ on $14/16$ mm fraktion massa grammoina ja ρ_p on kiintotiheys.

Määrätyn kierrosluvun jälkeen kuulamylly tyhjennetään ja kiviaines erotellaan hiontakuormasta. Kiviaines pestään ja seulotaan 2 mm seulalla. Yli 2 mm raekoot punnitaan kiviaineksen kulumisen selvittämiseksi prosentuaalisena painohävikkinä, joka lasketaan kaavalla (27)

$$A_N = \frac{100 \cdot (M_1 - M_2)}{M_1}, \tag{27}$$

missä A_N on kuulamyllyarvo, M_1 on kuivatun yksittäistestinäytteen alkuperäinen massa grammoina ja M_2 on kuivattujen yli 2 mm kiviainesrakeiden massa kulutuskokeen jälkeen grammoina. Kuulamyllyarvon A_N tulosta ei ilmoiteta prosentteina vaan ilman yksikköä. Tulos ilmoitetaan yhden desimaalin tarkkuudella. (SFS-EN 1097-9 2014, 9)

Kuulamyllyarvon määritys tehdään aina kahdesta yksittäistestinäytteestä. Tuloksena ilmoitetaan kahden määrityksen keskiarvo. Yksittäistestinäytteiden välinen ero ei saa olla yli 10 %.

3.4 Litteysluku

Kiviaineksessa rakeiden muoto vaihtelee hyvin paljon. Rakeet ovat muotonsa mukaan ryhmiteltävissä kolmeen päätyyppiin: vakioläpimittaisiin, litteisiin ja puikkoisiin (kuva 7). Raemuoto vaikuttaa kiviaineksen tiiviyteen, kokoon puristuvuuteen ja lujuusominai-suuksiin. (Rantamäki, Jääskeläinen & Tammirinne 1979, 71-72) Litteät rakeet murtuvat paljon helpommin kuin vakioläpimittaiset ja siten paljon litteitä rakeita sisältävästä murs-keesta valmistettu asfaltti on alttiimpaa deformaatiolle (Torppa & Räisänen 2008, 2-3).

KUVA 7. Vakioläpimittainen, litteä ja puikkoinen rae (vasemmalta alkaen)

Litteysluvulla määritetään murskatun kiviaineksen litteiden kivien määrää koko lajit-teesta prosentteina. Litteysluku kuvastaa kuinka monta prosenttia raekoon massasta on alle 60 % sen keskiarvo tilavuudesta. Määrityksessä käytetään välppäseuloja, joissa on yhdensuuntaisia pyöreitä tankoja kuva (8). Litteät kivet mahtuvat tankojen muodostamien rakojen läpi. Välppäseulan rakokoko on puolet siinä testattavan raekokolajitteen maksimi koosta. Esimerkiksi raekokolajite 16/20 mm testataan 10 mm välppäseulalla. (SFS-EN 933-3 2012, 5)

KUVA 8. Välppäseula

Litteysluvun määrityksessä on kaksi seulontavaihetta. Ensimmäiseksi näyte jaetaan testiseuloilla eri raekokolajitteisiin d_i/D_i taulukon (2) mukaisesti. Seuraavaksi jokainen raekokolajite d_i/D_i seulotaan vastaavilla välppäseuloilla, joissa on yhdensuuntaisia $D_i/2$ kokoisia rakoja. (SFS-EN 933-3 2012, 5)

TAULUKKO 2. Välppäseulat

Raekokolajite (mm)	Välppäseulojen rakokoko (mm)
80/100	50
63/80	40
50/63	31,5
40/50	25
31,5/40	20
25/31,5	16
20/25	12,5
16/20	10
12,5/16	8
10/12,5	6,3
8/10	5
6,3/8	4
5/6,3	3,15
4/5	2,5

Näyte pestään ja kuivataan $110 \pm 5°C$ lämpötilassa vakiomassaan, jonka jälkeen sen annetaan jäähtyä ja se punnitaan. Näyte seulotaan raekokolajitteisiin d_i/D_i, joista jokaisesta punnitaan seulalle jäänyt materiaali. Yli seulasarjan olevat fraktiot hylätään ja punnitaan erikseen. Myöskin seulasarjan läpäisseet alle 4 mm fraktiot eivät kuulu testattaviin, mutta myös ne punnitaan erikseen. Jokainen raekokolajite d_i/D_i seulotaan vastaavilla välppäseuloilla $D_i/2$ ja välppäseulan läpäissyt materiaali punnitaan jokaisesta. Näytteen litteysluku määritetään laskemalla välppäseulat läpäisseiden rakeiden kokonaismassa prosentteina koko seulottujen reakokolajitteiden massasta kaavalla (28)

$$FI = (M_2/M_1) \cdot 100 \,, \tag{28}$$

missä FI on litteysluku, M_2 on raekokolajitteiden, jotka läpäisevät reakokolajitteita vastaavat välppäseulat $D_i/2$, summa grammoina ja M_1 on raekokolajitteiden d_i/D_i summa grammoina. Litteysluvun FI tulosta ei ilmoiteta prosentteina vaan ilman yksikköä. Tulos pyöristetään lähimpään kokonaislukuun. (SFS-EN 933-3, 7) Tarvittaessa voidaan kunkin raekokolajitteen d_i/D_i litteysluku määrittää laskemalla vastaavan välppäseulan $D_i/2$ läpäisseiden kivirakeiden massa prosentteina koko kyseisen raekokolajitteen d_i/D_i massasta samalla kaavalla. (SFS-EN 933-3, 7)

Jos raekokolajitteiden d_i/D_i massojen summa M_1 yhteenlaskettuna alle 4 mm rakeiden ja hylättyjen lajitteiden massojen kanssa eroaa enemmän kuin 1 % ennen seulontaa punnitusta näytteen massasta, testi on uusittava käyttäen toista testinäytettä. (SFS-EN 933-3, 7) Massojen muutos lasketaan kaavalla (29)

$$\Delta M = \frac{M_0 - (M_1 + M_{<4\,\mathrm{mm}} + M_{\mathrm{hylätty}})}{M_0} \cdot 100\,\% \,, \tag{29}$$

missä ΔM on massojen muutos, M_0 on näytteen massa ennen seulontaa grammoina, M_1 on raekokolajitteiden d_i/D_i massojen summa grammoina, $M_{<4\,\mathrm{mm}}$ on alle 4 mm rakeiden massa grammoina ja $M_{\mathrm{hylätty}}$ on hylättyjen lajitteiden massojen summa grammoina. (SFS-EN 933-3, 9)

4 VERTAILUKOKEEN TOTEUTUS

Jokaisessa vertailukokeeseen osallistuneessa laboratoriossa suoritettiin testit niiden omien toimintatapojen mukaan standardien SFS-EN 933-3 ja SFS-EN 1097-9 menetelmällä. Standardit SFS-EN 933-3 ja SFS-EN 1097-9 vaativat myös muiden standardien menetelmien käyttöä (taulukko 3).

TAULUKKO 3. Menetelmästandardeissa viitatut standardit

Menetelmästandardi	Viitatut standardit
SFS-EN 933-3	SFS-EN 932-2
	SFS-EN 932-5
	SFS-EN 933-1
	SFS-EN 933-2
SFS-EN 1097-9	SFS-EN 932-2
	SFS-EN 932-5
	SFS-EN 933-1
	SFS-EN 933-2
	SFS-EN 1097-6

Laboratorioissa testitulokset raportoitiin niille jaetuilla raportointipohjilla (liite 4) TTY:n MPR-laboratoriolle, jossa oltiin vastuussa vertailukokeiden järjestämisestä ja tulosten tarkastelusta. MPR-laboratoriossa testit suoritettiin laboratorion työohjeiden mukaan, jotka perustuivat yllä mainittujen standardien menetelmiin.

4.1 Näytteenotto ja -jako

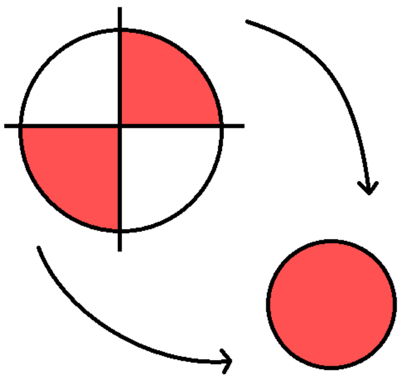
Tampereen teknillisen yliopiston MPR-laboratorio vastasi näytteenotosta ja -jakamisesta. Tämä oli suoritettu jo keväällä ennen opinnäytetyön aloittamista. Tiedot näytteenotosta ja -jakamisesta saatiin haastatteluilla käyttöinsinööri Tero Porkalta ja tutkimusapulainen Marko Peltomäeltä.

Näytteet haettiin murskaamolta, missä oli varastokasoissa valmiiksi murskattuna metavulkaniittia (näyte 1) ja sarvivälkegabroa (näyte 2). Kivien louhintapaikka ja murskaamo pidettiin vertailukokeessa salaisena niiden tietojen käytön estämiseksi testitulosten vertailemiseksi laboratorioissa. Nämä pysyivät salaisena myös opinnäytetyössä. (Porkka, 2018)

Kiviainesten varastokasoista otettiin molemmista omat osanäytteet lapioimalla kiviainesta 12 näytelaatikkoon noin 60 kg jokaiseen (kuva 9). Laatikot kuljetettiin TTY:n MPR-laboratorioon, missä suoritettiin osanäytteiden jako. (Peltomäki, 2018)

KUVA 9. Näyte 1 ja näyte 2 laatikoissa (näyte 1 vasemmalla)

MPR-laboratoriossa osanäytteet jaettiin laatikoista lapioimalla aina yhdestä laatikosta kahteen uuteen laatikkoon täyttäen niitä vuorotellen jakolaatikosta. Näistä kahden laatikon pareista kiviaines jaettiin samalla tavalla kolmeen laatikkoon, mistä lopullinen jako laboratorioille tehtiin neliöimällä eli näytemateriaalista tehtiin kasa, joka jaettiin lapiolla neljään osaan ja vastakkaiset osat yhdistettiin (kuva 10). Neliöimällä jaon jälkeen näytteet lähetettiin säkeissä laboratorioille. (Porkka, 2018)



KUVA 10. Neliöimällä jako

4.2 Kiintotiheys

Kiviaineksen kiintotiheyden määritys oli oleellinen osa kuulamyllytestiä ja sillä saatiin määritettyä oikeankokoinen testinäyte kuulamyllytesteihin. Molemmista kiviaineksista seulottiin näytteet kuivaseulontana määritystä varten 11,2 mm, 14 mm ja 16 mm laboratorioseuloilla. Seulonta suoritettiin kasaamalla seulat päällekkäin seulontalaitteeseen, missä kiviainesta seulottiin 10 minuuttia. Seulonta varmistettiin vielä käsin, koska seulontalaite ei pysynyt kunnolla käynnissä laitevian takia.

Kiviaines jaettiin kolmeen osaan taulukon (4) mukaisesti. Ominaispainofraktio valmistettiin raekooltaan yli 16 mm kivistä ja fraktioiden 11,2/14 mm ja 14/16 mm kiviaineksesta, kun niitä oltiin saatu tarvittavat massat omiin fraktioihinsa. Raekooltaan alle 11,2 mm kiviaines hylättiin. Tässä vaiheessa massoilla ei vielä ollut merkitystä, kunhan molemmista kiviaineksista saatiin tarpeeksi suuret määrät näytteitä varten. Seulotut fraktiot pestiin 4 mm seulalla, jonka jälkeen ne kuivattiin uunissa 110 °C vakiopainoon yön yli.

TAULUKKO 4. Kiviaineksen jakaminen

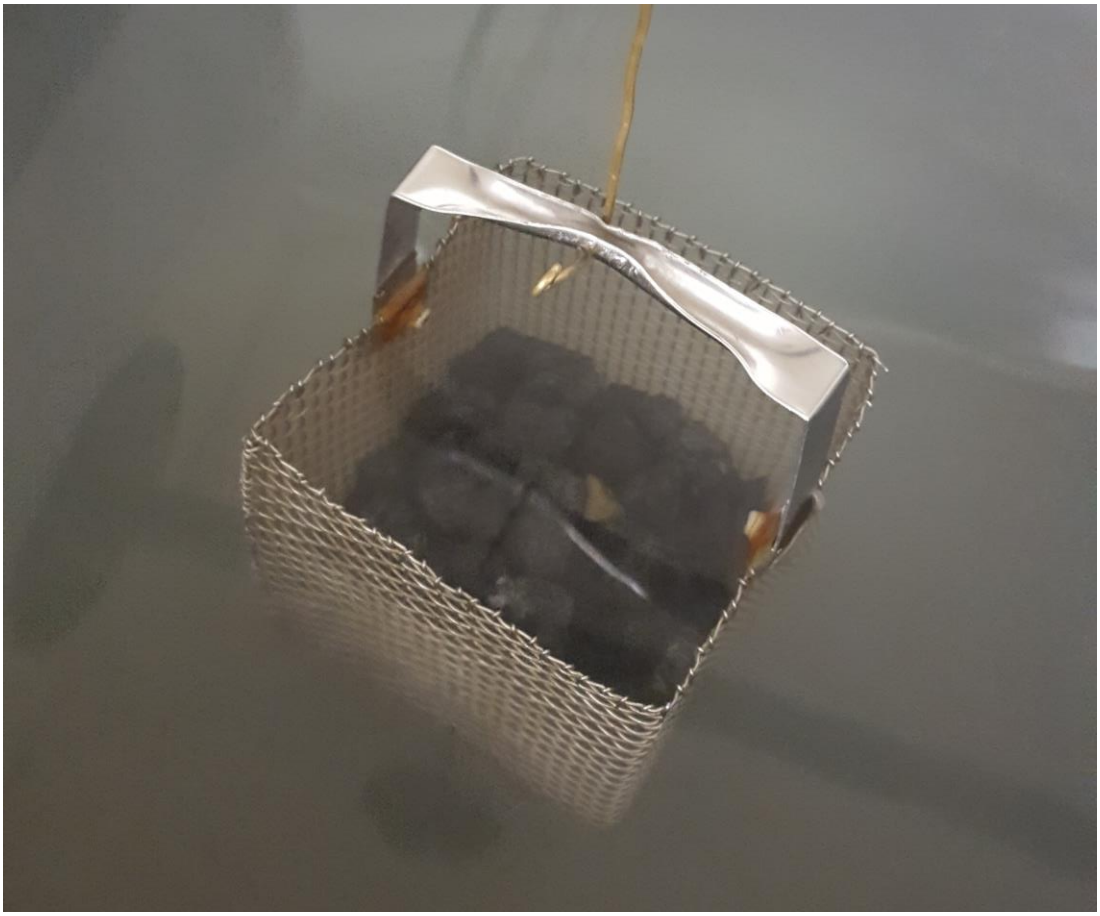
Raekokolajite (mm)	Massa (kg)
11,2/14	1,8
14/16	1
>11,2	2

Ominaispainofraktioista selvitettiin molemmille kiviaineksille kiintotiheys. 11,2/14 mm ja 14/16 mm fraktioita käytettiin myöhemmin kuulamyllynäytteiden valmistamiseen. Ominaispainofraktioista jaettiin molemmille näytteille kaksi n. 1 kg yksittäistestinäytettä, jotka punnittiin sekä ilmassa että veteen upotettuna (taulukko 5). Yksittäistestinäytteet punnittiin mahdollisimman tarkasti lähelle 1 kg , jonka jälkeen poistettiin ja lisättiin eri kokoisia kiviä punnitusastiasta, kunnes saatiin gramman tarkkuudella tulos.

TAULUKKO 5. Ominaispainon punnitukset

Näyte #	Yksittäistestinäyte #	Kuiva M_1 (g)	Upotettu M_2 (g)
1	I	1000,30	628,64
	II	1000,16	628,69
2	I	1000,66	658,61
	II	1000,69	658,60

Vesipunnitusta varten verkkokoria ravistettiin 25 kertaa veden alla ilmakuplien poistamiseksi, jonka jälkeen verkkokori ripustettiin vaa'asta roikkuvaan koukkuun ja vaaka taarattiin eli nollattiin korin painon poistamiseksi. Tämän jälkeen yksittäistestinäyte laitettiin koriin ja ravistettiin uudestaan 25 kertaa veden alla ilmakuplien poistamiseksi näytteestä. Kori nostettiin vaa'asta roikkuvaan koukkuun ja näyte punnittiin (kuva 11).



KUVA 11. Näytteen 2 punnitus vedessä

Kuivasta ja upotetusta painosta laskettiin jokaiselle yksittäistestinäytteelle kiintotiheys, joiden keskiarvoista saatiin kunkin näytteen kiintotiheys. Veden lämpötilaksi mitattiin 19 ℃.

4.3 Kuulamylly

Kuulamyllyllä tehtiin molemmista näytteistä kaksi yksittäistestinäyte ajoa. Yksittäistestinäytteet valmistettiin kiintotiheyden yhteydessä seulotuista 11,2/14 mm ja 14/16 mm fraktioista. Näytteeseen vaadittavat fraktioiden massat laskettiin kiviaineksen kiintotiheyden avulla (liite 5) kaavoilla (25 & 26), esimerkkinä näyte 1 ominaispainosta johtuvasta korjauksesta:

$$
\begin{aligned}
m_1(11{,}2/14)\ \mathrm{g} &= \frac{650 \cdot \rho_p}{2{,}65} \\
&= \frac{650 \cdot 2{,}69\ \mathrm{Mg/m^3}}{2{,}65} \\
&= 659{,}811\ \mathrm{g} \\
&\approx 659{,}81\ \mathrm{g}\,.
\end{aligned}
$$

$$
\begin{aligned}
m_2(14/16)\ \mathrm{g} &= \frac{350 \cdot \rho_p}{2{,}65} \\
&= \frac{350 \cdot 2{,}69\ \mathrm{Mg/m^3}}{2{,}65} \\
&= 355{,}283\ \mathrm{g} \\
&\approx 355{,}28\ \mathrm{g}\,.
\end{aligned}
$$

Yksittäistestinäytteeseen punnittiin vaa'alla ensin punnitusastia, jonka jälkeen vaaka taarattiin. Tämän jälkeen vaa'alla punnittiin tarvittava määrä $11{,}2/14$ mm fraktiota ja se siirrettiin punnitusastian toiseen reunaan, jonka jälkeen vaaka taarattiin uudestaan. Näin voitiin nopeammin punnita tarvittava määrä $14/16$ mm fraktiota. $14/16$ mm fraktioi kasattiin vastakkaiseen reunaan ja varottiin kivien sekoittumista keskenään (kuva 12).

KUVA 12. Näytteen 1 yksittäistestinäytteen II punnitus (keskeneräinen)

Molemmat fraktiot punnittiin mahdollisimman lähelle laskettua arvoa (taulukko 6), jonka jälkeen vaihdeltiin eri kokoisia kiviä punnitusastiasta, kunnes tulos saatiin gramman tarkkuudella. Tämä tehtiin molemmille fraktioille erikseen omissa punnituksissa.

TAULUKKO 6. Kiintotiheydestä johtuva korjaus

Näyte	Yksittäistestinäyte	Laskettu		Mitattu		
		m_1 (11,2/14)	m_2 (14/16)	m$_1$ (11,2/14)	m_2 (14/16)	Yhteensä M_1
#	#	(g)	(g)	(g)	(g)	(g)
1	I	659,81	355,28	659,72	355,64	1015,36
	II			659,38	355,45	1014,83
2	I	716,22	385,66	716,01	385,75	1101,76
	II			716,02	385,39	1101,41

Punnitusten jälkeen yksittäistestinäytteet kuvattiin, että niitä pystyttäisiin vertaamaan ennen ja jälkeen kuulamyllytestin mahdollisten poikkeavien tulosten arvioimiseksi. Yksittäistestinäyte kaadettiin ämpäriin, johon lisättiin 7000 g teräskuulia ja 2,00 l vettä. Ämpärin sisältö kaadettiin kuulamyllyyn, kansi suljettiin ja kuulamylly laskettiin täyttöasennosta kyljelleen ajoasentoon (kuva 13).

KUVA 13. Näytteen 1 yksittäistestinäyte II valmiina kuulamyllytestiin

Kuulamyllyn käyttötuntimäärät kirjattiin ylös, koska teräspalkit tulee vaihtaa 150 h välein. Näytteelle 2 tuntimäärä oli ylittynyt jo ennen yksittäistestinäytteiden ajoa, mutta teräspalkkeja ei vielä vaihdettu. Kuulamylly testi suoritettiin näytteelle 2 vanhoilla teräspalkeilla, että saatiin pidettyä toistettavuusolosuhteet.

Kuulamyllyn annettiin pyöriä 5400 kierrosta, jonka jälkeen kierroslaskuri pysäytti myllyn automaattisesti. Myllyn pysähdyttyä sen sisältö tyhjennettiin kaatamalla ämpäriin ja mylly huuhdeltiin vedellä kaiken kiviainesnäytteen talteen saamiseksi. Käyttötuntimäärät kirjattiin uudestaan ylös.

Kiviaines, vesi ja kuulat kaadettiin suorakaiteen muotoiselle isolle 14,5 mm välppäseulalle, jonka alla oli suojavati kiviaineksen keräämistä varten. Kiviaines ja kuulat huuhdottiin vedellä välppäseulalla, joka keräsi kuulat antaen suurimman osan kivistä pudota alla olevaan suojavatiin. Kuulat kerättiin välppäseulalta magneetilla talteen ja ne laitettiin uuniin kuivumaan ruostumisen estämiseksi. Välppäseulalle jäänyt ja suojavatiin tippunut kiviaines kaadettiin 2 mm verkkoseulalle, missä siitä pestiin alle 2 mm kiviaines pois. Pesty kiviaines kuivattiin uunissa 110 °C vakiopainoon yön yli, jonka jälkeen se punnittiin (taulukko 6) sekä kuvattiin ennen ja jälkeen vertailun vuoksi (kuva 14).

KUVA 14. Näyte 2 ennen ja jälkeen kuulamyllytestin, yksittäistestinäytteet merkattu KM1 ja KM2

Näyte 2 yksittäistestinäyte I sisälsi kolme näytteestä eroavaa kiveä (kuva 14). Kivet jätettiin yksittäistestinäytteeseen, koska ei tiedetty mistä ne olivat päätyneet näytteeseen. Kiviaines on koostumukseltaan heterogeenista ja murskattava kallioperä voi sisältää eri kivilajeja tai louhoksella käsitellään eri murskeita lähekkäin ja testimurskeen joukkoon on jostain muusta lähteestä päätynyt eri kiviainesta. Eroavat kivet jätettiin yksittäistestinäytteeseen, koska mahdolliset laatuvirheet kuuluu jättää testinäytteeseen, ja kolme kiveä ei olisi muuttanut yksittäistestinäytteen massaa huomattavasti, vaikka ne olisivat täysin tuhoutuneet kuulamyllytestissä.

4.4 Litteysluku

Litteysluvun määrityksessä arvioitiin kiviainesten koostuvan pääosin raekooltaan alle 20 mm rakeista, koska kiviainekset oltiin alun perin murskattu sen kokoiseksi. Seulontaan valittiin standardista poiketen 20 mm ja sitä pienemmät seulat (taulukko 7). Raekooltaan yli 20 mm kiviaines hylättiin, eikä sitä otettu mukaan tarkasteluun. Menetelmästandardin mukaisesti myöskään alle 4 mm kiviainesta ei otettu mukaan tarkasteluun.

TAULUKKO 7. Seulat ja välppäseulat

Raekokolajite (mm)	Välppäseulojen rakokoko (mm)
16/20	10
12,5/16	8
10/12,5	6,3
8/10	5
6,3/8	4
5/6,3	3,15
4/5	2,5

Näyte kuivaseulottiin eikä kiviainesta pesty tai kuivattu vakiomassaan ennen testiä, koska kiviaines oli kuivaa ja pölytöntä, milloin esikäsittelyn pois jättö nopeutti litteysluvun selvittämistä. Litteysluvun arvo on muutenkin epätarkka ja ilmoitetaan tilastollisessa vertailussa yhden desimaalin tarkkuudella, joten kiviaineksen pölyn ei katsottu vaikuttavan sen arvoon huomattavasti. Lisäksi suurin osa pölystä irtosi kiviaineksesta seulonnan aikana ja päätyi alle 4 mm tulokseen. Seulonnan hyväksyttävyys voitiin tarkastaa kaavalla (28), kun raekokolajitteiden, hylättyjen ja alle 4 mm massojen summa ei eronnut yli 1 % ennen seulontaa punnitusta alkuperäismassasta (SFS-EN 933-3, 7).

Taulukosta (7) luettiin vähimmäismäärä raekooltaan maksimissaan 16 mm kiviainekselle, mutta seulonnassa huomattiin kiviaineksen sisältävän 16/20 mm fraktiota. Vähimmäismassaksi valittiin 2,6 kg, joka oli vähimmäismäärä raekooltaan maksimissaan 16 mm kiviainekselle, ja päätettiin punnita noin 3 kg kiviainesta molempiin näytteisiin. Liian pienestä näytemäärästä johtuen testimenetelmän tarkkuus voi heikentyä, joten testinäytteen koko on aina kirjattava testiraporttiin (SFS-EN 933-1, 5). Testiä ei tehty uudelleen, koska kiviaines oli määritelty $0/16$ mm raekokoluokkaan. Näytteiden vähimmäismassa olisi pitänyt interpoloida taulukosta (1) kaavalla (23)

$$\begin{aligned} M\,\text{kg} &= (D_i/10)^2 \\ &= (20\,\text{mm}/10)^2 \\ &= 4\,\text{kg}\,. \end{aligned}$$

Kiviaineksista jaettiin ja punnittiin näyte 1, jonka massa oli $3007{,}1$ kg sekä näyte 2, jonka massa oli $3009{,}5$ kg. Näytteet seulottiin taulukon (7) mukaisesti laboratorioseuloilla. Jokaiselle seulalle jäänyt kiviaines kerättiin talteen ja punnittiin erikseen. Myös yli 20 mm ja alle 4 mm raekooltaan olevat kiviainekset punnittiin seulonnan luotettavuuden tarkastelua varten. Yli 20 mm kiviaines siirrettiin hylättyihin. Tämän jälkeen jokaiselle seulalle jäänyt kiviaines seulottiin vastaavalla välppäseulalla (taulukko 7). Välppäseulojen läpi mennyt materiaali kerättiin talteen ja punnittiin. Tulokset kirjattiin ylös testiraporttiin, laskettiin lajitteen ja välppäseulojen läpäisseen materiaalin massojen summa M_1 ja M_2, ja kerättiin kaikki mittaus ja lasku tulokset taulukkoon (8).

TAULUKKO 8. Litteysluvun seulonta

Raekoko d_i/D_i (mm)	Lajitteen massa Näyte 1 (g)	Lajitteen massa Näyte 2 (g)	Välppäseula $D_i/2$ (mm)	Läpäissyt massa Näyte 1 (g)	Läpäissyt massa Näyte 2 (g)
16/20	209,1	401,1	10	0	56,0
12,5/16	805,5	1263,1	8	67,1	73,1
10/12,5	897,8	859,0	6,3	54,3	61,7
8/10	853,7	398,0	5	78,8	27,5
6,3/8	190,4	65,8	4	15,1	4,7
5/6,3	7,8	7,3	3,15	0	0,5
4/5	1,1	0,6	2,5	0	<0,1
Summa M_1	2965,4	2994,9	Summa M_2	215,3	223,5
Ennen M_0	3007,1	3009,5			
<4 mm	12,0	13,2			
Hylätty	26,7	0			

Tarkistettiin seulontojen hyväksyttävyys (liite 5), kun jätettiin näytteiden pesu ja vakiomassan kuivaus pois, kaavalla (29), esimerkkinä näyte 1:

$$\begin{aligned}\Delta M &= \frac{M_0 - \left(M_1 + M_{<4\,\mathrm{mm}} + M_{\mathrm{hylätty}}\right)}{M_0} \cdot 100\ \% \\ &= \frac{3007{,}1\ \mathrm{g} - (2965{,}4\ \mathrm{g} + 12{,}0\ \mathrm{g} + 26{,}7\ \mathrm{g})}{3007{,}1\ \mathrm{g}} \cdot 100\ \% \\ &= 0{,}0998\ \% \\ &\approx 0{,}1\ \%\,.\end{aligned}$$

Seulonnat olivat hyväksyttäviä molempien näytteiden massojen muutoksen ollessa alle 1 %. Näytteen 1 massan muutos seulonnassa oli 0,1 % ja näytteen 2 oli 0,05 %.

5 TULOKSET JA TULOSTEN TARKASTELU

Tulokset laskettiin jokaiselle testille ja niitä verrattiin muiden vertailukokeeseen osallistuneiden laboratorioiden kesken tilastollisessa tarkastelussa. Vertailukokeisiin osallistuneiden laboratorioiden tulokset laskettiin uudelleen kuulamyllyn ja litteysluvun osalta, koska muutamasta laboratoriosta tulosten ilmoitustarkkuus ei ollut riittävä. Joistakin laboratorioista tulokset oli ilmoitettu standardien vaatimalla tarkkuudella, mutta ei tilastollisen tarkastelun vaatimalla yhden desimaalin tarkemmalla tarkkuudella, vaikka testiraporttipohjassa näin pyydettiin. Laskemalla tulokset uudelleen saatiin tarkasteltua myös laboratorioiden mahdolliset lasku- ja pyöristysvirheet. Kiintotiheydestä ei oltu pyydetty mittaustuloksia vaan pelkkä testitulos, joten sitä ei pystytty laskemaan uudelleen. Kaikki laskut suoritettiin Excel-ohjelmalla, jolloin pystyttiin käyttämään tarkkoja arvoja. Tässä osiossa olevat esimerkkilaskujen välivaiheet ovat pyöristettyjä, mutta tulokset ovat Excel-ohjelmasta otettuja pyöristämättömillä arvoilla laskettuja ja täten esimerkkilaskuilla voi tulla eri tulos kuin mikä niissä on ilmoitettuna. Tulosten tilastollisessa tarkastelussa keskityttiin pääsääntöisesti kuulamyllyyn, koska se oli vertailukokeiden kohde. Litteysluvusta ja kiintotiheydestä tulosten käsittely esitetään lyhyempänä.

5.1 Kuulamylly

Kuulamyllytestissä testattiin molemmista näytteistä kaksi yksittäistestinäytettä. Laboratorioista oltiin tulokset ilmoitettu standardin mukaisesti yhden tai vertailukokeen vaatimalla kahden desimaalin tarkkuudella. Raporttipohjassa oltiin pyydetty ilmoittamaan tulokset kahden desimaalin tarkkuudella, mutta kaikki eivät sitä olleet huomanneet ja siksi toimivat standardimenetelmän mukaan. Tulokset laskettiin kaavalla (27) molempien näytteiden yksittäistestinäytteille (liite 5), esimerkkinä näyte 1:

$$
\begin{aligned}
A_N &= \frac{100 \cdot (M_1 - M_2)}{M_1} \\
&= \frac{100 \cdot (1015{,}36\ \mathrm{g} - 968{,}63\ \mathrm{g})}{1015{,}36\ \mathrm{g}} \\
&= 4{,}60\,.
\end{aligned}
$$

Myös kaikkien muiden laboratorioiden yksittäistestinäytteiden tulokset laskettiin (liitteet 6 & 7) uudelleen vertailukokeen vaatimien arvojen saamiseksi. Koottiin ilmoitetut ja lasketut kuulamyllyarvot taulukkoon (9) mahdollisten lasku- tai pyöristysvirheiden tarkastelemiseksi.

TAULUKKO 9. Ilmoitetut ja uudelleen lasketut kuulamyllyarvot

Laboratorio	Näyte 1				Näyte 2			
	Ilmoitettu A_N		Laskettu A_N		Ilmoitettu A_N		Laskettu A_N	
#	KM_1	KM_2	KM_1	KM_2	KM_1	KM_2	KM_1	KM_2
1	4,32	4,42	4,32	4,42	13,15	12,68	13,15	12,68
2	4,31	4,83	4,31	4,83	13,5	13,95*	13,46	13,97
3	4,77	4,49	4,77	4,49	13,55	13,38	13,55	13,38
4	4,3	4,2	4,27	4,21	11,4	11,7	11,35	11,71
5	4,19	4,2	4,19	4,20	12,63	12,19	12,63	12,19
6	4,75	4,36	4,75	4,36	13,61	13,06	13,61	13,06
7	4,50	4,80	4,50	4,80	13,16*	13,30	13,14	13,30
8	4,6	4,5	4,62	4,52	13,8	13,8	13,76	13,76
9	4,5	4,8	4,50	4,78	13,4	13,5	13,43	13,51
10	4,4	4,7	4,37	4,73	13,4	13,0	13,41	12,99
11	5,1*	5	5,04	4,95	14,0*	14,1	13,94	14,13
12	4,3	4,4	4,32	4,41	13,4	12,7	13,40	12,72
13	4,83	4,46	4,83	4,46	13,84	13,73	13,84	13,73
14	4,6	4,2	4,60	4,25	12,8	12,9	12,83	12,92
15	4,37	4,59	4,37	4,59	12,78	12,97	12,78	12,97
16	4,32	4,31	4,32	4,31	12,98	12,96	12,98	12,96
17	4,42	4,21	4,42	4,21	13,96	13,99	13,96	13,99
18	4,60	4,44	4,60	4,44	12,15	13,12	12,15	13,12
19	4,6	4,7	4,56	4,74	13,2	13,4	13,16	13,39
20	4,8	4,7	4,75	4,69	13,7	13,6	13,70	13,56
21	4,00**	4,40**	3,97	4,37	12,1	13,3	12,09	13,29
22	4,60	4,90	4,60	4,90	13,27	12,98	13,27	12,98

Taulukossa (9) yksittäistestinäytteet nimettiin KM_1 ja KM_2. Tuloksiin merkattiin yhdellä asteriskilla lasku- ja pyöristysvirheet. Niitä löytyi laboratorion 11 näytteen 1 yksittäistestinäytteelle I sekä näytteen 2 yksittäistestinäytteelle I, laboratorion 2 näytteen 2 yksittäistestinäyte II ja laboratorion 7 näytteen 2 yksittäistestinäyte I tuloksissa. Laboratorion 14 näytteen 1 yksittäistestinäytteen II tuloksessa ei ole pyöristys virhettä, vaikka taulukon (9) perusteella niin näyttääkin. Tarkka laskettu tulos on $4{,}247$ joka pyöristyy $4{,}2$ tai $4{,}25$ riippuen pyöristystarkkuudesta.

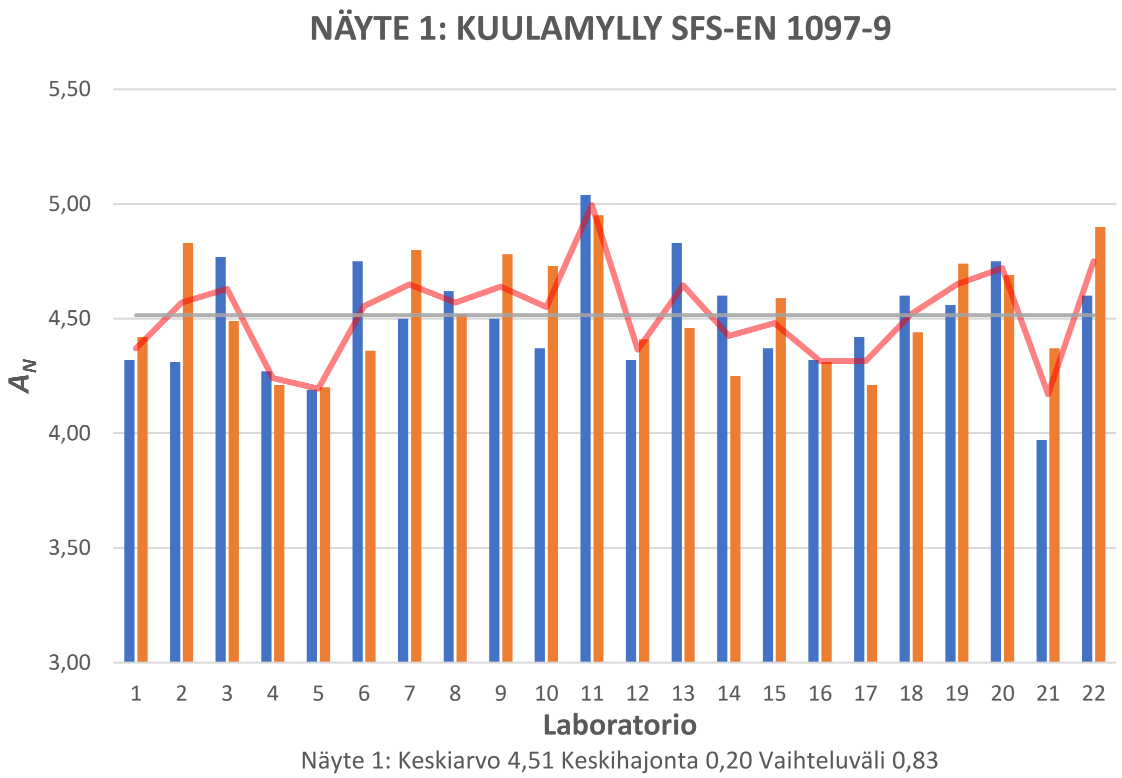
Taulukkoon (9) merkattiin tuloksiin kahdella asteriskilla laboratorion 21 näytteen 1 molemmat yksittäistestinäytteet. Laboratorion tulokset oltiin ilmoitettu vertailukokeen vaatimalla kahdella desimaalilla, mutta silti pyöristetty yhden desimaalin tarkkuuteen. Menettely antaa väärän kuvan laboratorion tarkkuudesta ja pahimmassa tapauksessa tulokset eivät tule esiin tilastollisessa vertailussa, jos ne olisivat virheelliset. Tätä ei olisi huomattu ilman jokaisen laboratorion tulosten uudelleenlaskemista.

Joidenkin laboratorioiden ilmoittamat tulokset ovat voineet olla vertailukokeiden vaatimalla kahden desimaalin tarkkuudella, mutta ovat saattaneet muuttua yhden desimaalin tarkkuudelle raporttipohjaa täytettäessä Excel-ohjelmalla sen pyöristäessä tuloksia. Excel-ohjelma pyöristää tulokset varsinkin niiden päättyessä pilkun jälkeen nollaan. Tämän huomasi selvästi laboratorion 5 näytteen 1 yksittäistestinäytteen II tuloksesta, joka oli ainoa kyseisen laboratorion yhden desimaalin tarkkuudella ilmoittama tulos.

Ennen tilastollista vertailua näytteille laskettiin keskiarvot, keskihajonnat ja vaihteluväli (liitteet 6 & 7). Keskihajonta lasketaan kaavalla (1), esimerkkinä näytteen 1 keskihajonta:

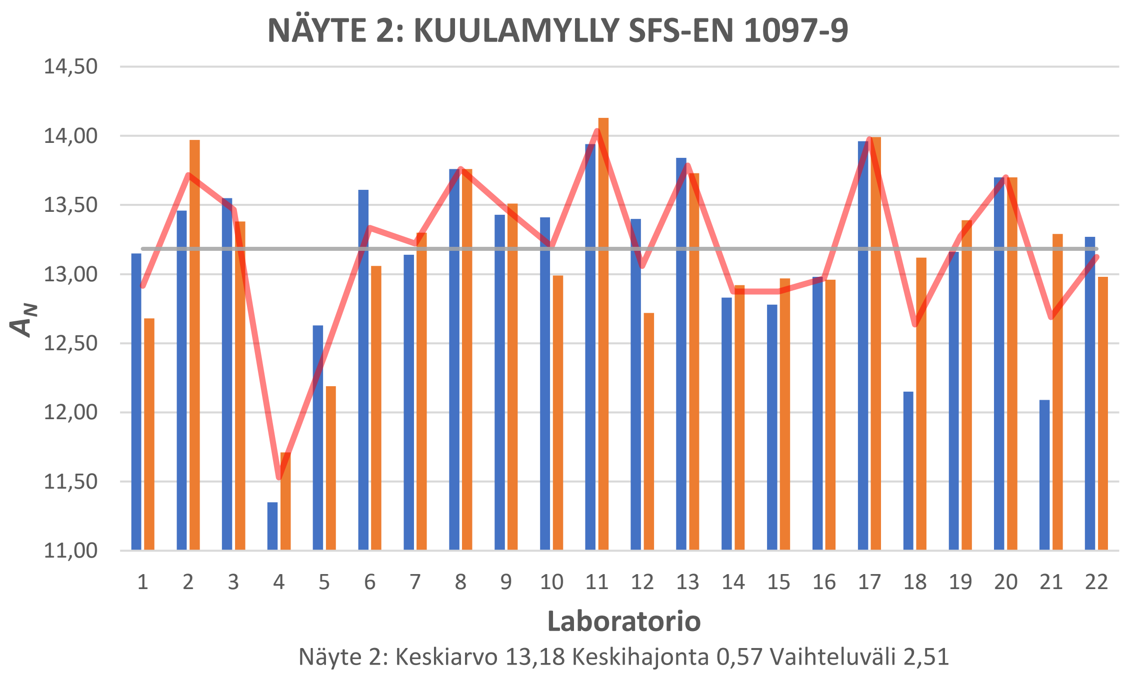
$$
\begin{aligned}
s &= \sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(x_i-\bar{x})^2} \\
&= \sqrt{\frac{1}{22-1}\cdot\left[(4{,}37-4{,}51)^2+(4{,}57-4{,}51)^2+\cdots+(4{,}75-4{,}51)^2\right]} \\
&= 0{,}201 \\
&\approx 0{,}20\,.
\end{aligned}
$$

Näytteistä piirrettiin sen jälkeen kaaviot vertailukokeiden raporttia varten (kuvio 7 & 8). Niistä voitiin myös silmämääräisesti tarkastella, jos laboratorion tulos olisi ollut selvästi virheellinen, milloin tulos oltaisiin voitu poistaa jo ennen tilastollista tarkastelua. Kaavioissa sininen palkki on yksittäistestinäytteen I tulos, oranssi palkki on yksittäistestinäytteen II tulos, punainen viiva on laboratorion sisäinen keskiarvo ja harmaa viiva on koko näytteen keskiarvo.



KUVIO 7. Näyte 1 kuulamyllyarvo

Kuviosta (8) huomattiin laboratorioiden sisäisen keskiarvon olevan lähellä näytteen 1 keskiarvoa. Yksittäistestinäytteet olivat lähellä keskiarvoa tai korkeintaan 0,54 päässä siitä.



KUVIO 7. Näyte 2 kuulamyllyarvo

Kuviosta (7) huomattiin yksittäistestinäytteiden eroavan hyvinkin paljon näytteen keskiarvosta, mutta laboratorion sisäinen keskiarvo oli silti pääsääntöisesti hyvä. Ainoastaan laboratorio 4 oli saanut huomattavan pienet arvot kummankin yksittäistestinäytteen tulokseksi. Laboratorion sisäinen vaihtelu oli suurimmaksi osaksi pientä paitsi laboratorioissa 18 ja 21.

Tilastollinen vertailu kuulamyllyarvoille suoritettiin Cochranin ja Grubbsin testillä sekä laskemalla sille toistettavuus ja uusittavuus. Toistettavuuden ja uusittavuuden arvoja verrattiin SFS-EN 1097-9 standardista löytyviin arvoihin.

Cochranin testiä varten molemmille näytteille laskettiin jokaiselle laboratoriolle sisäinen keskihajonta (liitteet 6 & 7) kaavalla (2). Tämän jälkeen laskettiin Cochranin testin statistiikka molemmille näytteille (liitteet 6 & 7) kaavalla (3), esimerkkinä näyte 1:

$$
\begin{aligned}
C &= \frac{s_{max}^2}{\sum_{i=1}^{p} s_i^2} \\
&= \frac{0{,}37^2}{0{,}07^2 + 0{,}37^2 + \cdots + 0{,}21^2} \\
&= 0{,}180\,.
\end{aligned}
$$

Cochranin testin statistiikan arvot koottiin taulukkoon (10) ja niitä verrattiin Cochranin testin kriittisiin arvoihin (liite 1). (ISO 5725-2:1994, 21)

TAULUKKO 10. Cochranin testin statistiikka

	Näyte 1	Näyte 2
C	0,180	0,324
1 %	0,450	
5 %	0,365	

Cochranin testillä minkään laboratorion sisäinen keskihajonta ei ollut liian suuri. Molempien näytteiden Cochranin testin statistiikka oli hyväksyttävä.

Grubbsin testillä tarkasteltiin laboratorioiden sisäisen keskiarvon tuloksia yksittäistestinäytteiden sijasta, koska laboratorioiden sisäinen vaihtelu oli vähäistä (ISO 5725-2:1994, 34). Jokaiselle laboratoriolle laskettiin molemmille näytteille sisäinen keskiarvo (liitteet

6 & 7), jonka jälkeen laskettiin Grubbsin testin statistiikka molemmille näytteille tarkastellen yksittäisiä ja kahta ääriarvoa (liitteet 6 & 7) kaavoilla (4, 5, 6 & 10). Näytteille laskettiin erikseen Grubbsin testin statistiikka molemmilla tavoilla vertaillen sekä yksittäisiä ääriarvoja että kahta pienintä tai suurinta ääriarvoa. Grubbsin testin statistiikka suurimmalle havaintoarvolle laskettiin (liitteet 6 & 7) kaavalla (4), esimerkkinä näyte 1:

$$\begin{aligned} G_p &= (x_p - \bar{x})/s \\ &= (5{,}00 - 4{,}51)/0{,}201 \\ &= 2{,}390\,. \end{aligned}$$

Grubbsin testin statistiikka pienimmälle havaintoarvolle laskettiin (liitteet 6 & 7) kaavalla (5), esimerkkinä näyte 1:

$$\begin{aligned} G_1 &= (\bar{x} - x_1)/s \\ &= (4{,}51 - 4{,}17)/0{,}201 \\ &= 1{,}714\,. \end{aligned}$$

Grubbsin testin statistiikkaa laskettaessa kahdelle suurimmalle tai pienimmälle arvolle tarvitsi ensimmäiseksi laskea otosvarianssi (liitteet 6 & 7) kaavalla (7), esimerkkinä näyte 1:

$$\begin{aligned} s_0^2 &= \sum_{i=1}^{p} (x_i - \bar{x})^2 \\ &= (4{,}17 - 4{,}51)^2 + (4{,}20 - 4{,}51)^2 + \cdots + (5{,}00 - 4{,}51)^2 \\ &= 0{,}849\,. \end{aligned}$$

Tämän jälkeen laskettiin keskiarvot erikseen ilman kahta suurinta ja pienintä havaintoarvoa (liitteet 6 & 7) kaavoilla (9 & 12), esimerkkinä näyte 1:

$$\begin{aligned} \bar{x}_{p-1,p} &= \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_i \\ &= \frac{1}{22-2} \cdot (4{,}17 + 4{,}20 + \cdots + 4{,}72) \\ &= 4{,}479\,. \end{aligned}$$

$$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=3}^{p} x_i$$
$$= \frac{1}{22-2} \cdot (4{,}24 + 4{,}32 + \cdots + 5{,}00)$$
$$= 4{,}548\,.$$

Keskiarvojen laskemisen jälkeen laskettiin varianssit ilman kahta suurinta ja pienintä havaintoarvoa (liitteet 6 & 7) kaavoilla (8 & 11), esimerkkinä näyte 1:

$$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} \left(x_i - \bar{x}_{p-1,p}\right)^2$$
$$= (4{,}17 - 4{,}479)^2 + (4{,}20 - 4{,}479)^2 + \cdots + (4{,}72 - 4{,}479)^2$$
$$= 0{,}537\,.$$

$$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^{p-2} \left(x_i - \bar{x}_{1,2}\right)^2$$
$$= (4{,}24 - 4{,}548)^2 + (4{,}32 - 4{,}548)^2 + \cdots + (5{,}00 - 4{,}548)^2$$
$$= 0{,}606\,.$$

Tämän jälkeen verrattiin saatuja variansseja otosvarianssiin Grubbsin testin statistiikkojen selvittämiseksi ilman kahta suurinta tai pienintä havaintoarvoa (liitteet 6 & 7) kaavoilla (6 & 10), esimerkkinä näyte 1:

$$G_{p-1,p} = s_{p-1,p}^2 / s_0^2$$
$$= 0{,}537/0{,}849$$
$$= 0{,}714\,.$$

$$G_{1,2} = s_{1,2}^2 / s_0^2$$
$$= 0{,}606/0{,}849$$
$$= 0{,}632\,.$$

Grubbsin testin statistiikan arvot koottiin taulukkoon (11) ja niitä verrattiin Grubbsin testin kriittisiin arvoihin (liite 2). (ISO 5725-2:1994, 22) Taulukossa (11) näytteiden tulokset jaoteltiin erikseen, riippuen tarkastellaanko yksittäisiä (Single) vai kahta (Double) ääriarvoa, jotka vuorostaan jaoteltiin pienimmän arvon (Low) ja suurimman arvon (High) mukaan. Kriittiset arvot 1 % ja 5 % ovat samat pienimmälle ja suurimmalle arvolle molemmissa tarkasteluissa. (ISO 5725-2:1994, 22)

TAULUKKO 11. Grubbsin testin statistiikka sisäisistä keskiarvoista

	Single		Double	
	Low	High	Low	High
Näyte 1	1,714	2,390	0,714	0,632
Näyte 2	2,873*	1,490	0,479	0,783
1 %	3,060		0,393	
5 %	2,758		0,471	

Tuloksista huomattiin Grubbsin testin statistiikan olevan tilastollisesti poikkeava (straggler) näytteen 2 pienimmälle sisäisen keskiarvon tulokselle sen ollessa yli 5 % kriittisen arvon, mutta kumminkin alle 1 % kriittisen arvon. Poikkeava tulos merkattiin yhdellä asteriskilla ISO 5725-2:1994 standardin mukaisesti. Näytteen 1 tulokset olivat hyväksyttäviä Grubbsin testin statistiikan arvojen jäädessä yksittäisen ääriarvon tarkastelussa alle 5 % kriittisen arvon ja kahden ääriarvon tarkastelussa niiden olevan yli 5 % kriittisen arvon.

Näytteelle 2 päätettiin suorittaa Grubbsin testi uudestaan poistamalla pienin yksittäistestinäyte, milloin pienin sisäinen keskiarvo nousee 11,53:stä 11,70:ään. Laboratorion 4 yksittäistestinäytteen I tulos 11,35 poistettiin ja laskettiin Grubbsin testin statistiikka uudestaan näytteelle 2 (liite 7). Laboratorion 4 yksittäistestinäytteen I tuloksen poiston jälkeen Grubbsin testin statistiikan arvot olivat hyväksyttäviä (taulukko 12). Grubbsin testin kriittiset arvot eivät muuttuneet yksittäistestinäytteen poiston jälkeen, koska koko laboratoriota ei poistettu tarkastelusta. Näytteen 2 keskiarvo muuttui 13,23, keskihajonta ja vaihteluväli paranivat arvoihin 0,55 sekä 2,42 (liite 7).

TAULUKKO 12. Grubbsin testin statistiikka laboratorion 4 yksittäistestinäyte I tuloksen poiston jälkeen näytteelle 2

	Single		Double	
	Low	High	Low	High
Näyte 1	1,714	2,390	0,714	0,632
Näyte 2	2,685	1,539	0,522	0,769
1 %	3,060		0,393	
5 %	2,758		0,471	

Laskennallisen tilastollisen tarkastelun jälkeen suoritettiin graafinen tarkastelu Mandelin menetelmällä, jolla etsittiin yhtäläisyyksiä laboratorioiden sisäisistä tuloksista. Yhtäläisyyksillä voitaisiin mahdollisesti selittää laskennallisessa tilastollisessa tarkastelussa löytyviä poikkeavaisuuksia. Mandelin h- ja k-arvot laskettiin (liitteet 6 & 7) kaavoilla (13 & 14), esimerkkinä h- ja k-arvot laboratoriolle 1 näytteelle 1:

$$h_i = \frac{x_i - \bar{x}}{\sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2}}$$

$$= \frac{4{,}37 - 4{,}51}{\sqrt{\frac{1}{22-1}\cdot[(4{,}37-4{,}51)^2 + (4{,}57-4{,}51)^2 + \cdots + (4{,}75-4{,}51)^2]}}$$

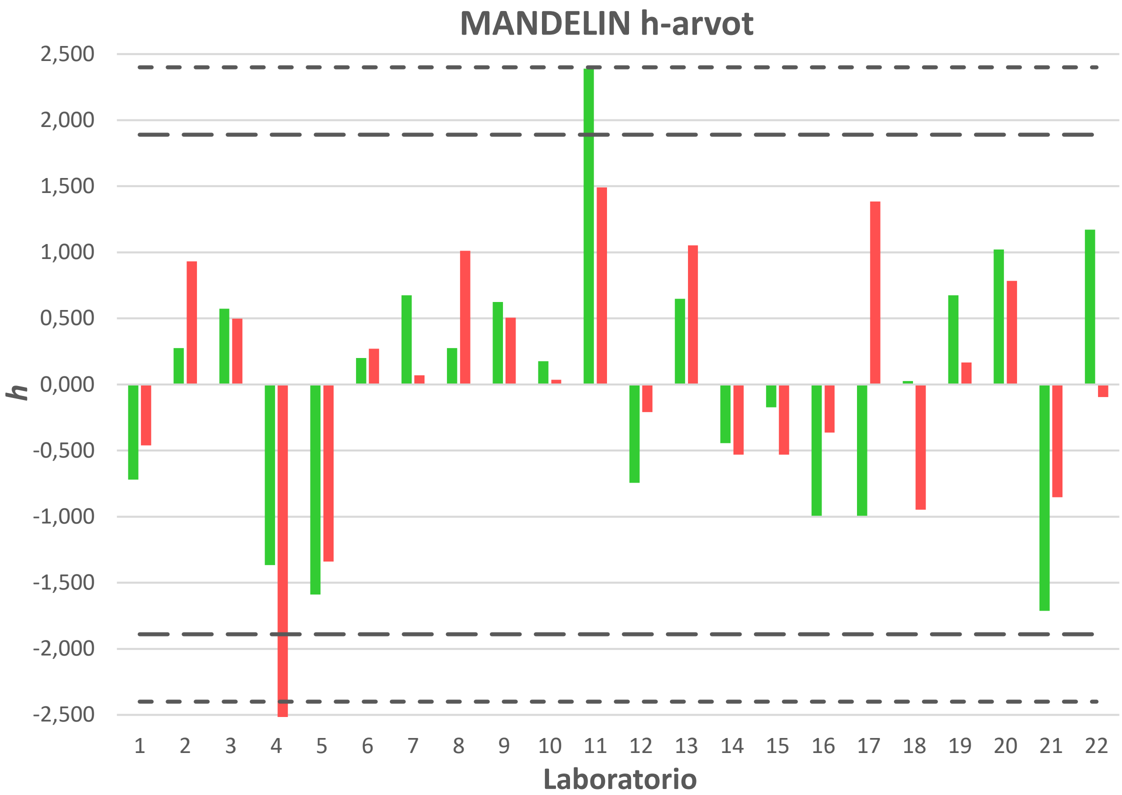
$$= -0{,}413$$

$$k_i = \frac{s_i\sqrt{p}}{\sqrt{\sum_{i=1}^{p} s_i^2}}$$

$$= \frac{0{,}07\cdot\sqrt{22}}{\sqrt{0{,}07^2 + 0{,}37^2 + \cdots + 0{,}21^2}}$$

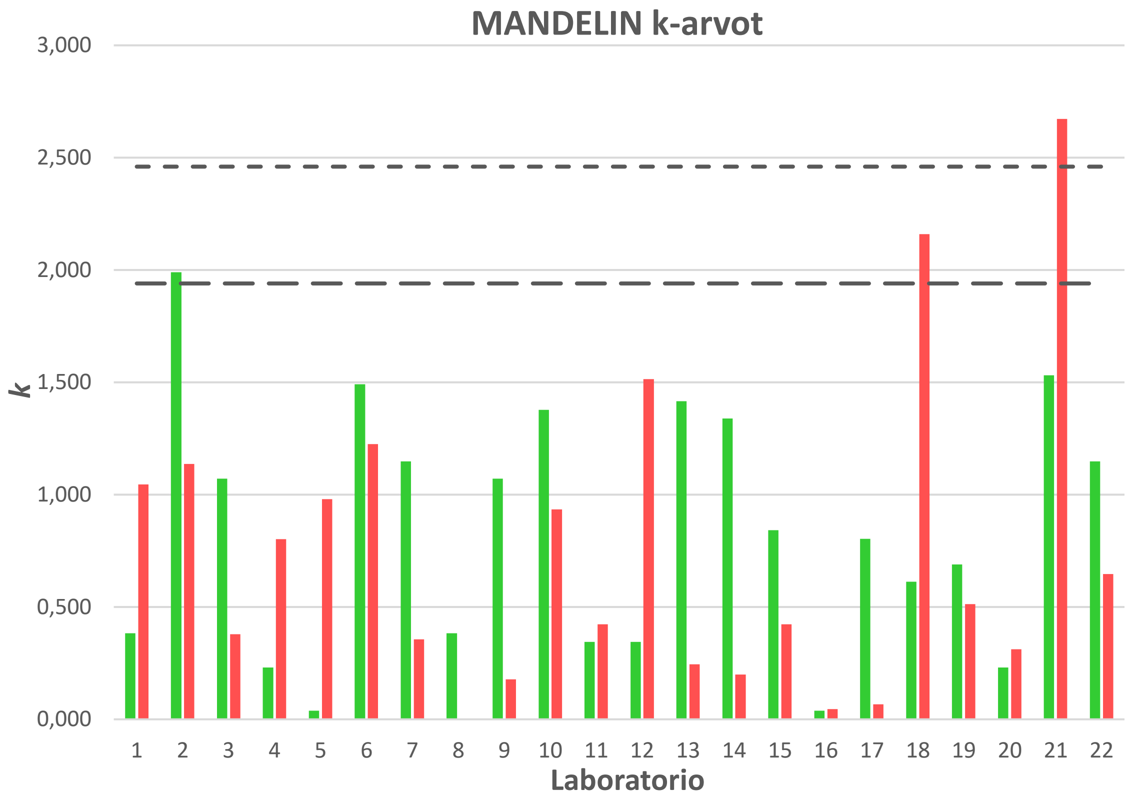
$$= 0{,}383\,.$$

Mandelin menetelmällä laskettiin sekä h- että k-arvot kaikille laboratoriolle ja niistä piirrettiin kuvaajat (kuvio 8 & 9) kriittisine arvoineen. Kuvaajissa näyte 1 on vihreällä, näyte 2 on punaisella, 5 % kriittinen arvo on pitkä katkoviiva ja 1 % kriittinen arvo on lyhyt katkoviiva.



KUVIO 8. Testitulosten keskiarvon Mandelin h-arvo

Kuviosta (8) huomattiin laboratorion 4 näytteen 2 h-arvon olevan liian matala sen alittaessa 1 % kriittisen arvon viivan ja siten näytteen keskiarvon olevan tilastollisesti virheellinen (statistical outlier). Myös laboratorion 11 näytteen 1 h-arvo oli Mandelin menetelmän mukaan liian suuri sen ylittäessä 5 % kriittisen arvon viivan ja siten näytteen keskiarvon olevan tilastollisesti poikkeava (straggler). Kuviosta (8) sen huomattiin jäävän alle 1 % kriittisen arvon, mikä tarkistettiin vertaamalla laskettua h-arvoa laboratorion 11 näytteelle 1 Mandelin menetelmän 1 % kriittiseen arvoon, 2,390 & 2,400 vastaavasti (liite 6). Yhtäläisyyksiä tarkastellessa laboratorioiden 4 ja 5 molempien näytteiden tulos oli huomattavasti alle keskiarvon sekä laboratorion 11 molempien näytteiden tulos oli huomattavasti yli keskiarvon. Tästä voitiin arvioida laboratorioin menetelmän tai laitteiston aiheuttavan tämän. Laboratorion 17 tulokset näytteille erosivat keskiarvosta eri suuntiin, milloin voitaisiin arvioida laboratorion tarkkuudessa olevan ongelmia. Näytteiden pienestä määrästä johtuen tätä ei voitu kuitenkaan luotettavasti päätellä.



KUVIO 9. Testitulosten keskihajonnan Mandelin k-arvo

Kuviosta (9) huomattiin laboratoriolla 21 olevan liian suuri keskihajonta näytteelle 2 sen k-arvon ylittäessä 1 % kriittisen arvon ja siten sen olevan tilastollisesti virheellinen (statistical outlier). Myös laboratoriossa 2 oli näytteelle 1 ja laboratoriossa 18 näytteelle 2 oli suuri keskihajonta niiden k-arvojen ylittäessä 5 % kriittisen arvon ja siten niiden olevan tilastollisesti poikkeavia (straggler). Laboratorio 21 sai molemmille näytteille huomattavan suuren keskihajonnan, milloin voitaisiin arvioida laboratorion tarkkuudessa olevan ongelmia. Luotettavasti kahdesta näytteestä tätä ei voida päätellä ja määritykset olisi pitänyt tehdä useammasta näytteestä.

Mandelin menetelmän kaaviot voivat aiheuttaa sekaannusta niitä tulkittaessa, koska niissä on laboratorioiden keskiarvon ja keskihajonnan h- ja k-arvot. Ne voivat sekoittua laboratorioiden tulosten keskiarvoon ja keskihajontaan. Tämän vuoksi kehitettiin molemmille arvoille kaavat, joilla saadaan laskettua muuntokerroin, jolla saadaan kriittiset arvot muutettua keskiarvoksi ja keskihajonnaksi. Kaavat todettiin toimivaksi, koska jokaisen laboratorion näytteen tulokselle saatiin sama muuntokerroin (liite 8). Muuntokertoimet on laskettava molemmille näytteille erikseen, koska niissä on erilaiset tulokset. Muuntokerroin h-arvolle lasketaan jakamalla jonkin laboratorion keskiarvon ero näytteen keskiarvosta saman laboratorion h-arvolla (kaava 30).

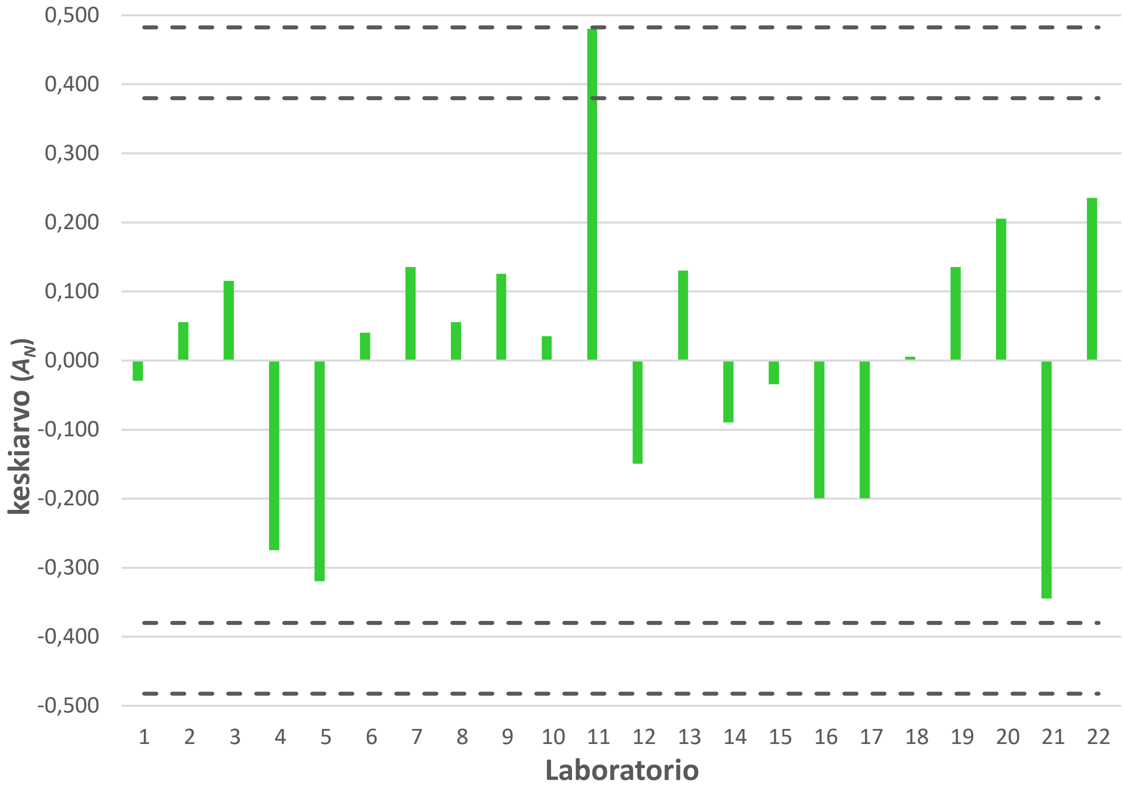
$$V_h = \frac{x_i - \bar{x}}{h_i}, \tag{30}$$

missä V_h on muuntokerroin h-arvolle, x_i on laboratorion keskiarvo, $\bar{x}$ on koko näytteen keskiarvo ja h_i on laboratorion h-arvo. Tämä voidaan laskea kaikille laboratorioille, millä voidaan varmistaa kaavan toimivuus sen tuloksen ollessa sama kaikilla laboratorioilla. Vaihtoehtoisesti voidaan jättää Mandelin h-arvon laskeminen laboratorioille pois kokonaan ja laskea muuntokerroin suoraan muokkaamalla edellistä kaavaa uudeksi kaavaksi (31).

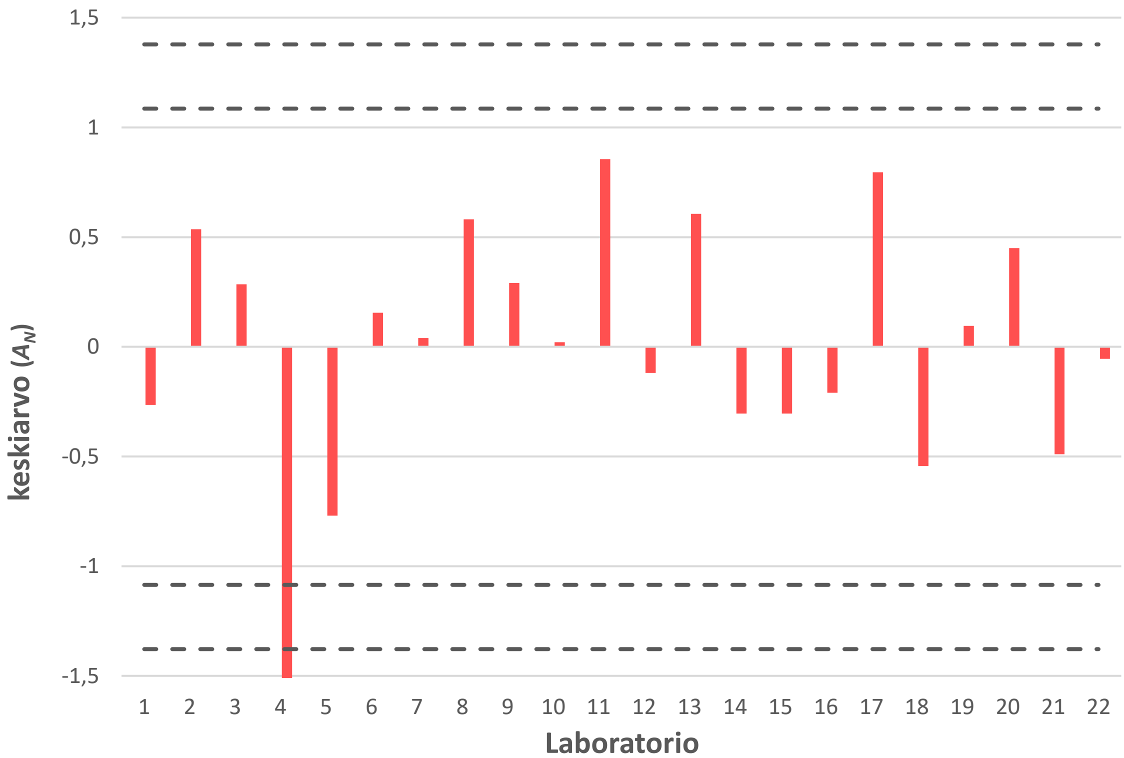
$$\begin{aligned}
V_h &= \frac{x_i - \bar{x}}{h_i} \\
h_i &= \frac{x_i - \bar{x}}{\sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2}} \\
V_h &= \sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2} \\
s &= \sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2} \\
V_h &= s\,,
\end{aligned} \tag{31}$$

missä V_h on muuntokerroin h-arvolle, x_i on laboratorion keskiarvo, $\bar{x}$ on koko näytteen keskiarvo, h_i on laboratorion h-arvo, p on laboratorioiden lukumäärä ja s on laboratorioiden välinen tulosten keskiarvojen keskihajonta.

Mandelin menetelmän kriittiset h-arvot kerrotaan muuntoarvolla, milloin ne saadaan muutettua raja-arvoiksi, joiden sisällä laboratorioiden tulosten ero keskiarvosta pitää olla (kuvio 10 & 11). Näytteistä on piirrettävä erilliset kaaviot, koska molemmille näytteille tulee omat kriittiset arvot.



KUVIO 10. Näyte 1 ero keskiarvosta raja-arvoineen



KUVIO 11. Näyte 2 ero keskiarvosta raja-arvoineen

Muuntokerroin h-arvolle lasketaan jakamalla jonkin laboratorion keskiarvon ero näytteen keskiarvosta saman laboratorion h-arvolla (kaava 32).

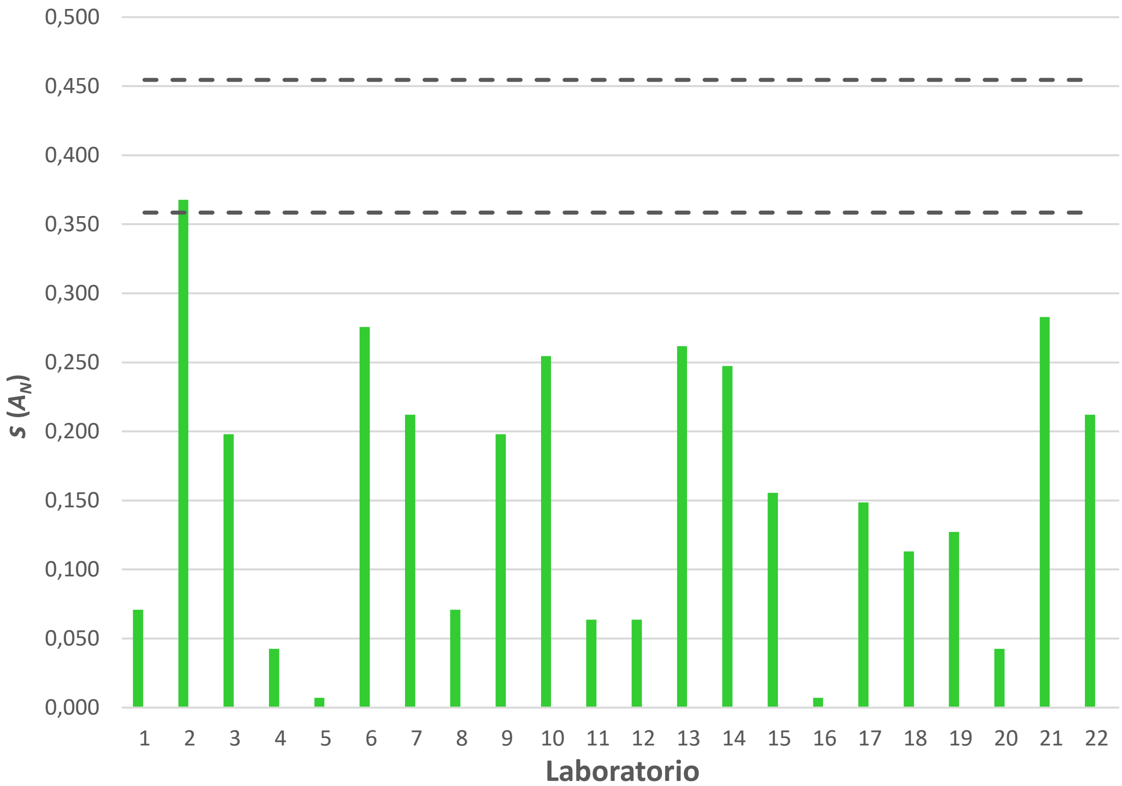
$$V_k = \frac{s_i}{k_i}, \tag{32}$$

missä V_k on muuntokerroin k-arvolle, s_i on laboratorion sisäinen keskihajonta ja k_i on laboratorion k-arvo. Tämä voidaan laskea kaikille laboratorioille, millä voidaan varmistaa kaavan toimivuus sen tuloksen ollessa sama kaikilla laboratorioilla. Vaihtoehtoisesti voidaan jättää Mandelin k-arvon laskeminen laboratorioille pois kokonaan ja laskea muuntokerroin suoraan muokkaamalla edellistä kaavaa uudeksi kaavaksi (33).

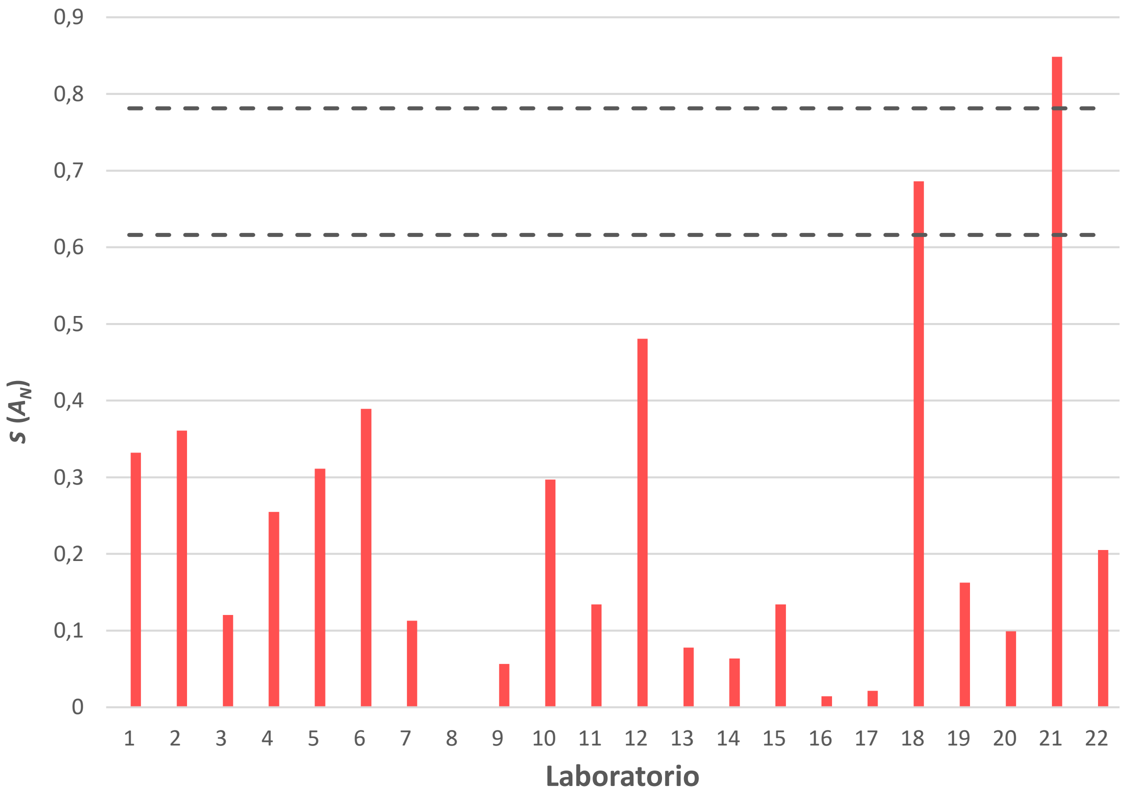
$$\begin{aligned} V_k &= \frac{s_i}{k_i} \\ k_i &= \frac{s_i\sqrt{p}}{\sqrt{\sum_{i=1}^{p} s_i^2}} \\ V_k &= \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{p} s_i^2}{p}}, \end{aligned} \tag{33}$$

missä V_k on muuntokerroin k-arvolle, s_i on laboratorion sisäinen keskihajonta, k_i on laboratorion k-arvo ja p on laboratorioiden lukumäärä.

Mandelin menetelmän kriittiset k-arvot muutettiin samalla tavalla kuin h-arvot ja niistä piirrettiin kuvaajat (kuvio 12& 13). Näytteistä on piirrettävä erilliset kaaviot, koska molemmille näytteille tulee omat kriittiset arvot.



KUVIO 12. Näyte 1 sisäiset keskihajonnat ja raja-arvot



KUVIO 13. Näyte 2 sisäiset keskihajonnat ja raja-arvot

Maldelin menetelmällä löytyneitä tilastollisesti poikkeavia ja virheellisiä arvoja ei poistettu toistettavuuden ja uusittavuuden laskuista, koska vertailukokeissa on ennen käytetty vain Cochranin ja Grubbsin testiä tilastollisessa tarkastelussa. Mandelin menetelmä suoritettiin vain vertailun vuoksi Cochranin ja Grubbsin testien kanssa.

Grubbsin testin poikkeavien arvojen poistamisen jälkeen kuulamyllytestille voitiin laskea toistettavuus ja uusittavuus molemmille näytteille. Toistettavuuden laskemista varten laskettiin ensin toistettavuusvarianssi (liitteet 6 & 7) kaavalla (16), mistä laskettiin toistettavuus kaavalla (15), esimerkkinä näyte 1:

$$\begin{aligned} s_r^2 &= \frac{\sum_{i=1}^{p}(n_i - 1)s_i^2}{\sum_{i=1}^{p}(n_i - 1)} \\ &= \frac{(2-1)\cdot 0{,}07^2 + (2-1)\cdot 0{,}37^2 + \cdots + (2-1)\cdot 0{,}21^2}{(2-1)+(2-1)+\cdots+(2-1)} \\ &= 0{,}0341\,. \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} r &= \sqrt{s_r^2}\cdot 2{,}8 \\ &= \sqrt{0{,}0341}\cdot 2{,}8 \\ &= 0{,}517\,. \end{aligned}$$

Uusittavuuden määrittämiseksi jouduttiin ensin laskemaan toistomittausten kehitetty keskiarvo kaavalla (22) sekä toistomittausten lukumäärän kehitetty keskiarvo (liitteet 6 & 7) kaavalla (20), esimerkkinä näyte 1:

$$\begin{aligned} \bar{\bar{x}} &= \frac{\sum_{i=1}^{p} n_i x_i}{\sum_{i=1}^{p} n_i} \\ &= \frac{2\cdot 4{,}37 + 2\cdot 4{,}57 + \cdots + 2\cdot 4{,}75}{2+2+\cdots+2} \\ &= 4{,}51\,. \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \bar{\bar{n}} &= \frac{1}{p-1}\left[\sum_{i=1}^{p} n_i - \frac{\sum_{i=1}^{p} n_i^2}{\sum_{i=1}^{p} n_i}\right] \\ &= \frac{1}{22-1}\cdot\left[2+2+\cdots+2 - \frac{2^2+2^2+\cdots+2^2}{2+2+\cdots+2}\right] \\ &= 2\,. \end{aligned}$$

Tämän jälkeen laskettiin otosvarianssi kaavalla (21) ja laboratorioiden välinen varianssi (liitteet 6 & 7) kaavalla (19), esimerkkinä näyte 1:

$$
\begin{aligned}
s_d^2 &= \frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p} n_i(x_i - \bar{\bar{x}})^2 \\
&= \frac{1}{22-1} \cdot [2 \cdot (4{,}37 - 4{,}51)^2 + 2 \cdot (4{,}57 - 4{,}51)^2 + \cdots + 2 \cdot (4{,}75 - 4{,}51)^2] \\
&= 0{,}0808\,.
\end{aligned}
$$

$$
\begin{aligned}
s_L^2 &= \frac{s_d^2 - s_r^2}{\bar{\bar{n}}} \\
&= \frac{0{,}0808 - 0{,}0341}{2} \\
&= 0{,}0233\,.
\end{aligned}
$$

Kaikkien väliarvojen laskemisen jälkeen laskettiin kaavalla (18) uusittavuusvarianssi (liitteet 6 & 7), mistä laskettiin uusittavuus (kaava 17), esimerkkinä uusittavuus näytteelle 1:

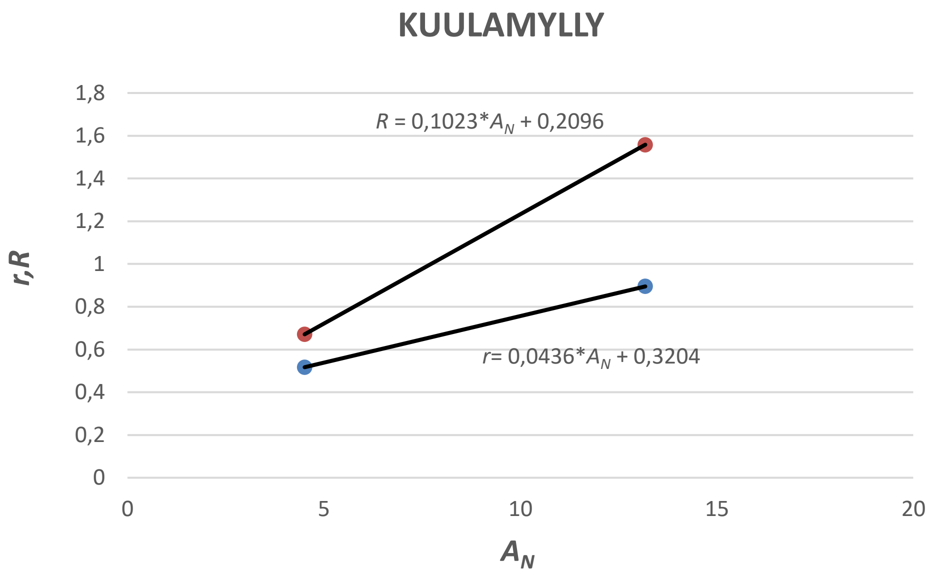
$$
\begin{aligned}
s_R^2 &= s_r^2 + s_L^2 \\
&= 0{,}0341 + 0{,}0233 \\
&= 0{,}0575\,.
\end{aligned}
$$

$$
\begin{aligned}
R &= \sqrt{s_R^2} \cdot 2{,}8 \\
&= \sqrt{0{,}0575} \cdot 2{,}8 \\
&= 0{,}671\,.
\end{aligned}
$$

Toistettavuus ja uusittavuus laskettiin molemmille näytteille (taulukko 13), jonka jälkeen ne sijoitettiin kuvaajaan näytteiden keskiarvon mukaan (kuvio 14). Toistettavuuden havaintoarvojen väliin piirrettiin suuntaviiva, mutta sitä ei johdettu origoon sen leikatessa y-akselin positiivisessa kohdassa. Samoin tehtiin uusittavuuden havaintoarvoille.

TAULUKKO 13. Näytteiden toistettavuus ja uusittavuus

Näyte	A_N	r	R
1	4,51	0,517	0,671
2	13,18	0,895	1,558



KUVIO 14. Kuulamyllyn toistettavuus ja uusittavuus

Kuvaajasta laskettiin Excel-ohjelmalla suuntaviivojen kulmakertoimet ja leikkauspisteet, joista saatiin toistettavuuden kaavaksi $r = 0{,}0436 \cdot A_N + 0{,}3204$ ja uusittavuuden kaavaksi $R = 0{,}1023 \cdot A_N + 0{,}2096$. Kaavoilla laskettiin toistettavuuden sekä uusittavuuden arvoja välillä $4 - 16$ ja verrattiin niitä SFS-EN 1097-9 standardin toistettavuuteen ja uusittavuuteen (taulukko 14). (SFS-EN 1097-9, 10)

TAULUKKO 14. Vertailukokeen ja SFS-EN 1097-9 standardin toistettavuuden ja uusittavuuden vertailu

Kuulamyllyarvo	Vertailukoe		SFS-EN 1097-9	
A_N	r=0,0436*A_N+0,3204	R=0,1023*A_N+0,2096	r=0,13*A_N-0,17	R=0,14*A_N+0,27
4	0,495	0,619	0,350	0,830
4,51	0,517	0,671	0,416	0,901
5	0,538	0,721	0,480	0,970
6	0,582	0,823	0,610	1,110
8	0,669	1,028	0,870	1,390
10	0,756	1,233	1,130	1,670
12	0,844	1,437	1,390	1,950
13,18	0,895	1,558	1,543	2,115
14	0,931	1,642	1,650	2,230
16	1,018	1,846	1,910	2,510

Vertailukokeessa saatiin parempi uusittavuus kuin standardissa ja toistettavuuskin oli parempi kuulamyllyarvon 6 jälkeen (tarkka arvo $5{,}7$). Toistettavuuden huonompi arvo pienillä kuulamyllyarvoilla johtui standardin toistettavuuden leikkauspisteestä, joka oli negatiivinen ja siten laski standardin toistettavuuden arvoja. Lisäksi standardin laskenta oli tehty tulosvälillä $5-16$. (SFS-EN 1097-9, 10)

5.2 Kiintotiheys

Kiintotiheysmittausten tuloksista laskettiin molempien näytteiden yksittäistestinäytteille kiintotiheys, joiden keskiarvosta saatiin kullekin näytteelle oma kiintotiheys. Kiintotiheyttä ei laskettu tilastollisen vertailun vaatimalla kolmen desimaalin tarkkuudella vaan tulos ilmoitettiin SFS-EN 1097-6 standardin vaatimalla kahden desimaalin tarkkuudella. Näin toimittiin, koska muiden laboratorioiden tulokset olivat samalla tarkkuudella. Lisäksi Grubbsin testi saattaa ilmoittaa virheelliseksi arvoksi liian tarkan arvon, jos se on pyöristystarkkuuden takia pienin tai suurin arvo. Grubbsin testi ei myöskään toimi kunnolla liian tarkoille arvoille. Tulosten laskemista varten kiintotiheyden kaavaa (24) yksinkertaistettiin muotoon (kaava 34), koska MPR-laboratorion vaa'assa oli taarausmahdollisuus, millä saatiin poistettua verkkokorin massa vesipunnituksesta.

$$\begin{aligned} \rho_p &= \rho_w \frac{M_1}{M_1 - (M_2 - M_3)} \\ M_3 &= 0 \\ \rho_p &= \rho_w \frac{M_1}{M_1 - M_2}, \end{aligned} \tag{34}$$

missä ρ_p on kiintotiheys megagrammoina kuutiometriä kohden, ρ_w on veden tiheys megagrammoina kuutiometriä kohden, M_1 on näytteen kuivapaino grammoina ja M_2 on näytteen upotettu paino grammoina. M_3 on verkkokorin massa, joka voitiin poistaa taarauksella.

Kaavalla (34) laskettiin yksittäistestinäytteiden kiintotiheydet (liite 5). Veden tilavuus $19\ °\mathrm{C}$ on $0{,}9984\ \mathrm{Mg/m^3}$ (liite 9). (SFS-EN 1097-6, 28) Esimerkkinä näytteen 1 yksittäistestinäyte II kiintotiheys:

$$\rho_p = \rho_w \frac{M_1}{M_1 - M_2}$$

$$= 0{,}9984\,\mathrm{Mg/m^3} \cdot \frac{1000{,}30\ \mathrm{g}}{1000{,}30\ \mathrm{g} - 628{,}64\ \mathrm{g}}$$

$$= 2{,}6871\ \mathrm{Mg/m^3}$$

$$\approx 2{,}69\ \mathrm{Mg/m^3}\,.$$

Tämä toistettiin kaikille yksittäistestinäytteille ja niistä laskettiin näytteiden keskiarvot (taulukko 15). Kiintotiheyden tuloksia käytettiin kuulamyllyn yksittäistestinäytteiden osanäytteiden massojen laskemiseen.

TAULUKKO 15. Kiintotiheydet

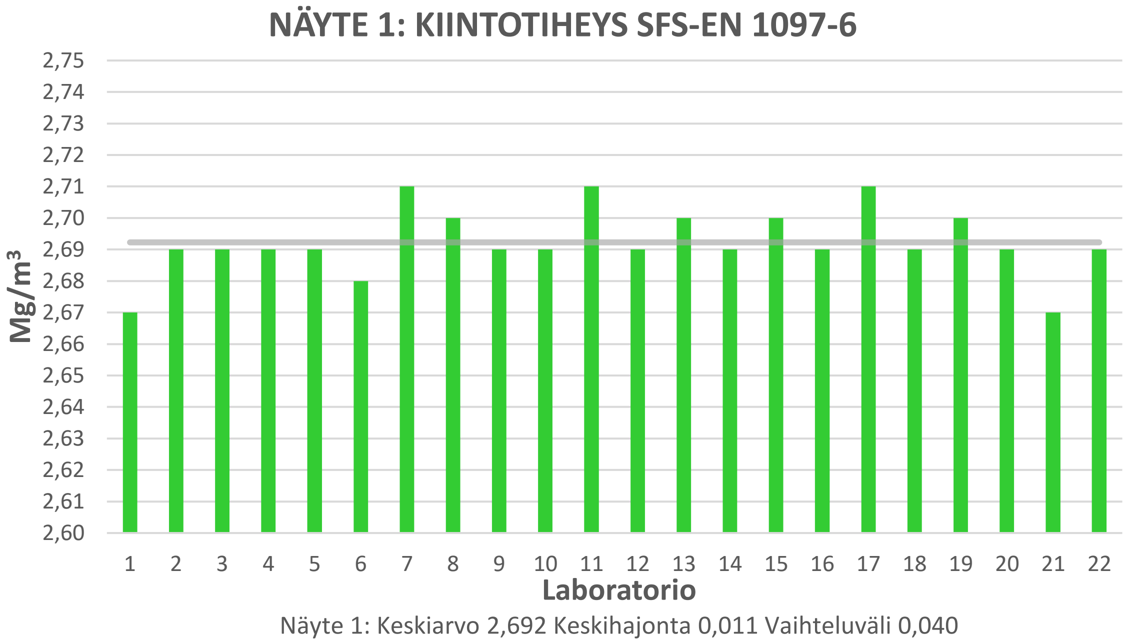
Näyte #	Yksittäistestinäyte #	Kiintotiheys ρ_p (Mg/m³)	Keskiarvo ρ_p (Mg/m³)
1	I	2,69	2,69
	II	2,69	
2	I	2,92	2,92
	II	2,92	

Kaikkien vertailukokeeseen osallistuneiden laboratorioiden kiintotiheyden tulokset (liitteet 10 & 11) koottiin taulukkoon (16) ja niille suoritettiin tilastollinen vertailu. Laboratorioista ei oltu kerätty yksittäistestinäytteiden tuloksia, joten tilastollisen vertailu suoritettiin vain näytteiden tuloksille. Laboratorio 15 kiintotiheyden tulokset oltiin ilmoitettu kolmen desimaalin tarkkuudella näyte 1 tulos $2{,}695\,\mathrm{Mg/m^2}$ ja näyte 2 tulos $2{,}927\ \mathrm{Mg/m^2}$. Ne pyöristettiin kahden desimaalin tarkkuuteen, koska muuten Grubbsin testi olisi voinut ilmoittaa ne virheellisesti vääräksi tulokseksi. Laboratorio 15 näyte 1 tuloksesta ei oltu varmoja oliko viimeinen desimaali jo pyöristetty ylöspäin, milloin se vaikuttaisi virheellisesti kahden desimaalin tarkkuuden pyöristämiseen. Tulos päätettiin pyöristää arvoon $2{,}70\ \mathrm{Mg/m^2}$, koska ei tiedetty tulosta neljän desimaalin tarkkuudella ja tulos $2{,}695\ \mathrm{Mg/m^2}$ pyöristyy ylöspäin.

TAULUKKO 16. Laboratorioiden kiintotiheyksien tulokset

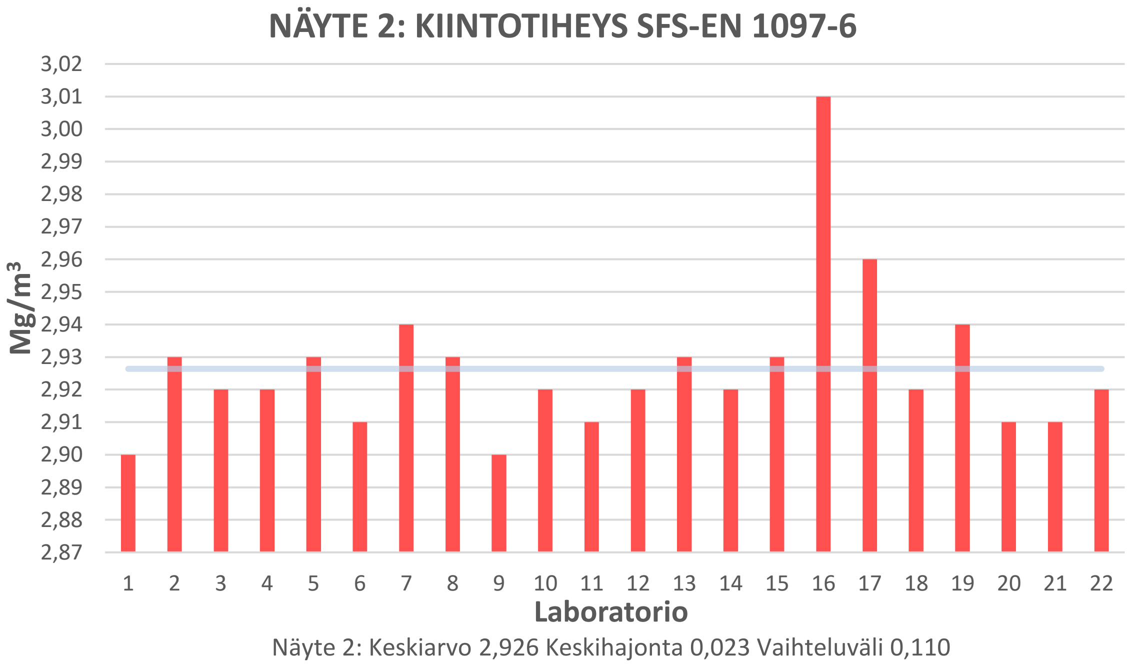
Laboratorio	Kiintotiheys ρ_p	
	Näyte 1	Näyte 2
#	Mg/m^3	Mg/m^3
1	2,67	2,90
2	2,69	2,93
3	2,69	2,92
4	2,69	2,92
5	2,69	2,93
6	2,68	2,91
7	2,71	2,94
8	2,70	2,93
9	2,69	2,90
10	2,69	2,92
11	2,71	2,91
12	2,69	2,92
13	2,70	2,93
14	2,69	2,92
15	2,70	2,93
16	2,69	3,01
17	2,71	2,96
18	2,69	2,92
19	2,70	2,94
20	2,69	2,91
21	2,67	2,91
22	2,69	2,92

Ennen tilastollista vertailua näytteille laskettiin keskiarvot, keskihajonnat ja vaihteluväli (liitteet 10 &11). Näytteistä piirrettiin sen jälkeen kaaviot vertailukokeiden raporttia varten (kuvio 15 & 16). Niistä voitiin myös silmämääräisesti tarkastella, jos jonkin laboratorion tulos olisi ollut selvästi virheellinen, milloin tulos oltaisiin voitu poistaa jo ennen tilastollista tarkastelua. Kaavioissa palkit ovat laboratorion tulos näytteelle ja harmaa viiva on näytteen keskiarvo.



KUVIO 15. Näyte 1 kiintotiheys

Kuviosta (15) huomattiin laboratorioiden näytteen 1 tulosten olevan lähellä keskiarvoa tai korkeintaan 0,022 Mg/m^3 päässä siitä. Kaikkien tulos katsottiin olevan hyväksyttävä.



KUVIO 16. Näyte 2 kiintotiheys

Kuviosta (16) pääteltiin laboratorio 16 saaneen virheellisen tuloksen. Se erosi huomattavasti keskiarvosta. Se myös aiheutti näytteelle suuren vaihteluvälin. Tulosta ei kuitenkaan vielä tässä vaiheessa poistettu, koska se haluttiin varmistaa Grubbsin testillä (liitteet 10 & 11). Grubbsin testin statistiikka on esitetty taulukossa (17).

TAULUKKO 17. Grubbsin testin statistiikka

	Single		Double	
	Low	High	Low	High
Näyte 1	2,089	1,663	0,543	0,710
Näyte 2	1,136	3,604**	0,865	0,221**
1 %	3,060		0,393	
5 %	2,758		0,471	

Tuloksista huomattiin näytteen 2 Grubbsin testin statistiikan olevan tilastollisesti virheelliset (statistical outlier) suurimmalle ja kahdelle suurimmalle arvolle niiden ollessa yksittäisen ääriarvon tarkastelussa yli 1 % kriittisen arvon ja kahden ääriarvon tarkastelussa alle 1 % kriittisen arvon. Ne merkattiin kahdella asteriksilla ISO 5725-2:1994 standardin mukaisesti. Näyte 1 tulokset olivat hyväksyttäviä Grubbsin testin statistiikan arvojen jäädessä yksittäisen ääriarvon tarkastelussa alle 5 % kriittisen arvon ja kahden ääriarvon tarkastelussa niiden olevan yli 5 % kriittisen arvon.

Näytteelle 2 päätettiin suorittaa Grubbsin testi uudestaan ilman suurinta tulosta ja tarkistaa, saataisiinko sillä myös kahden suurimman Grubbsin testin statistiikka hyväksyttäväksi. Laboratorio 16 tulos $3{,}01\ \mathrm{Mg/m^3}$ poistettiin ja laskettiin Grubbsin testin statistiikka uudestaan näytteelle 2 (liite 11). Laboratorio 16 näytteen 2 tuloksen poiston jälkeen Grubbsin testin statistiikan arvot olivat hyväksyttäviä (taulukko 18). Grubbsin testin kriittiset arvot muuttuivat näytteelle 2, koska yksi laboratorio poistettiin. Näytteen 2 keskiarvo muuttui $2{,}922\ \mathrm{Mg/m^3}$, keskihajonta ja vaihteluväli paranivat arvoihin $0{,}014\ \mathrm{Mg/m^3}$ sekä $0{,}060\ \mathrm{Mg/m^3}$ (liite 11).

TAULUKKO 18. Grubbsin testin statistiikka ilman laboratorion 16 tulosta näytteelle 2

	Single		Double	
	Low	High	Low	High
Näyte 1	2,089	1,663	0,543	0,710
1 %	3,060		0,393	
5 %	2,758		0,471	
Näyte 2	1,586	2,666	0,722	0,526
1 %	3,031		0,376	
5 %	2,733		0,456	

5.3 Litteysluku

Laboratorioiden litteysluvun tulosten ilmoittamisessa oli eniten ongelmia. Raporttipohjaan ei oltu erikseen pyydetty ilmoittaa litteyslukua vertailukokeiden vaatimalla tarkkuudella ja laboratoriot ilmoittivat tuloksen joko standardin mukaan pyöristäen tasalukuun tai kuulamyllyarvolle pyydettyyn kahden desimaalin tarkkuuteen. Muutamassa laboratoriossa oltiin osattu ilman ohjeita ilmoittaa tulos vertailukokeen vaatimalla yhden desimaalin tarkkuudella.

Lisäksi hyvin moni laboratorio ei ollut seurannut litteysluvun standardissa SFS-EN 933-3 käytettyä seulonnan standardia SFS-EN 933-1 ja siten punninnut massaltaan liian pienet näytteet (liitteet 12 & 13) litteysluvun määritykseen (taulukko 19). Näytemassan olisi pitänyt olla 4 kg, joka saatiin interpoloimalla kaavalla (23) taulukosta (1). Osalta laboratorioista puuttui myös massa ennen seulontaa, vaikka raporttipohjassa tulosta oltiin pyydetty. Silloin käytettiin lajitteiden massojen summaa (liitteet 12 & 13) määrittämään arvioitu laboratorion näytemassa.

TAULUKKO 19. Laboratorioiden näytemassat ennen seulontaa

Laboratorio	Massa ennen seulontaa	
	Näyte 1	Näyte 2
#	(g)	(g)
1	2331**	2279*
2	4455,4	5958
3	1073*	1049,9*
4	(3391,6)*	(3983,2)
5	3058,1*	3169,0*
6	2139*	2199,8*
7	2872*	2852,6*
8	(1924,4)*	(1782,4)*
9	2638*	2595*
10	5568	6861
11	(1959,6)*	(2102,3)*
12	(2192,0)*	(1747,6)*
13	(1996,3)*	(1902,9)*
14	2625,6*	2963,7*
15	2360*	2538*
16	(2662,0)*	(1476,0)*
17	(1279,0)*	(1537,0)*
18	5608	5819
19	(2900,0)*	(1906,4)*
20	2039*	(2211,4)*
21	(2549,6)*	(2783,0)*
22	3007,1*	3009,5*

Taulukossa (19) näytemassat, jotka olivat liian pieniä, on merkitty yhdellä asteriskilla. Laboratorion 1 näytteen 1 massa on merkattu kahdella asteriskilla, koska ilmoitettu näytemassa oli pienempi kuin lajitteiden yhteismassa. Arvioidut näytemassat on merkitty sulkeisiin. Kiviaineksen raekooksi oltiin ilmoitettu $0/16$ mm, milloin vähimmäisnäytemassaksi on katsottu 16 mm maksimiraekoon massa $2{,}6$ kg standardin SFS-EN 933-1 mukaan (taulukko 1). Näytteistä löytyi $16/20$ mm fraktiota, jolloin näytemassan olisi pitänyt olla 4 kg. Laboratorio 4 näytemassa näytteelle 2 arvioitiin raekokolajitteiden massojen summasta olevan yli 4 kg ennen seulontaa.

Litteysluvun seulonnan tuloksista laskettiin molemmille näytteille litteysluvut (liite 5) kaavalla (28), esimerkkinä litteysluku näytteelle 1:

$$\begin{aligned} FI &= (M_2/M_1) \cdot 100 \\ &= (215{,}3\,\mathrm{g}/2965{,}4\,\mathrm{g}) \cdot 100 \\ &= 7{,}3 \end{aligned}$$

Myös kaikkien muiden laboratorioiden litteysluvut laskettiin (liitteet 12 & 13) uudestaan tarpeeksi tarkkojen vertailukokeen vaatimien arvojen saamiseksi. Lisäksi näin voitiin tarkastella mahdollisia lasku- tai pyöristysvirheitä (taulukko 20). Laboratorioilla 13 ja 15 oli tuloksissa mukana $20/25$ mm raekokolajite, joka siirrettiin hylättyihin massoihin ja niiden litteysluvun tulokset laskettiin ilman kyseistä raekokolajiketta.

TAULUKKO 20. Ilmoitetut ja uudelleen lasketut litteysluvut

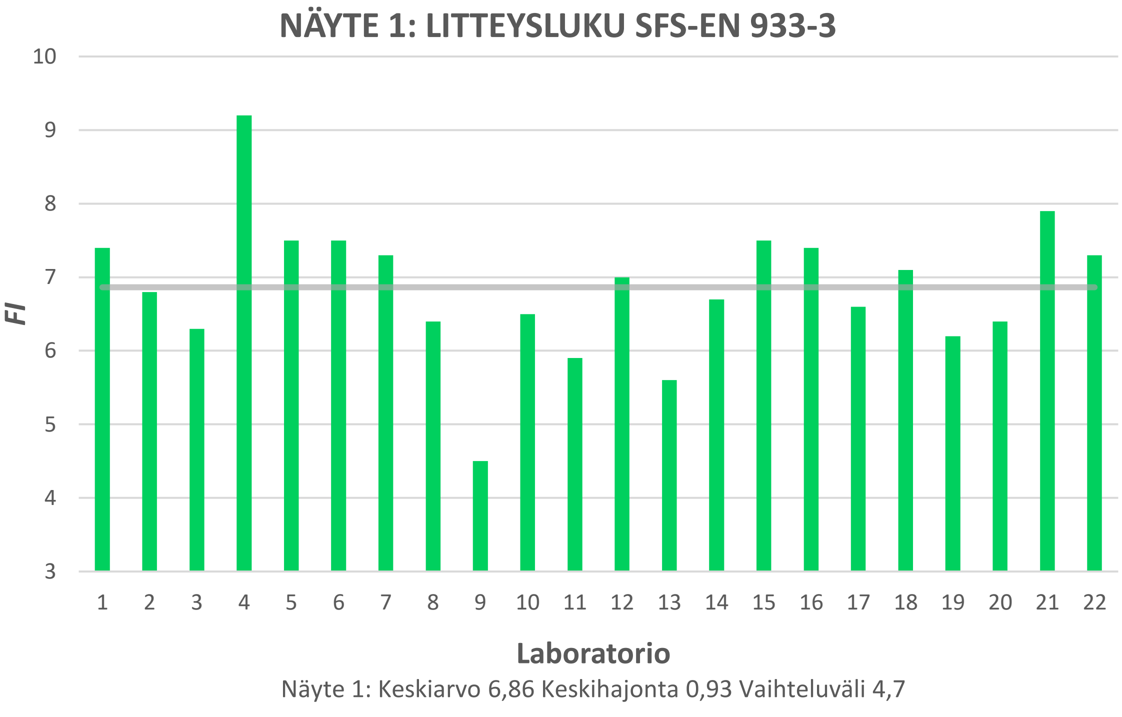
Laboratorio	Näyte 1		Näyte 2	
#	Ilmoitettu *FI*	Laskettu *FI*	Ilmoitettu *FI*	Laskettu *FI*
1	7	7,4	7	7,4
2	7	6,8	7	6,7
3	6,3	6,3	7,10	7,1
4	9	9,2	7	7,1
5	7	7,5	8	8,1
6	7	7,5	7	6,8
7	7,3	7,3	7,4	7,4
8	6	6,4	5	4,9
9	4,5	4,5	4,4	4,4
10	6	6,5	7	6,9
11	5,91	5,9	7,66	7,7
12	7	7,0	7	7,0
13	6	5,6	5	5,5
14	7	6,7	6	5,8
15	7,45	7,5	6,83	6,8
16	7	7,4	5	5,4
17	7	6,6	7	7,4
18	7,1	7,1	6,7	6,7
19	6,2	6,2	6,8	6,8
20	6,00**	6,4	6,00	6,0
21	7,91	7,9	7,13	7,1
22	7,3	7,3	7,5	7,5

Taulukossa (20) merkattiin tuloksilla kahdella asteriskilla laboratorio 20 näyte 1 litteysluvun tulos. Se oli ilmoitettu kahden desimaalin tarkkuudella, mutta pyöristetty kokonaislukuun. Tällainen menettely antaa väärän kuvan laboratorion tarkkuudesta ja pahimmassa tapauksessa tulokset eivät tule esiin tilastollisessa vertailussa, jos ne olisivat virheelliset. Tätä ei oltaisi huomattu, ellei oltaisi laskettu jokaisen laboratorion tuloksia uusiksi. Muita pyöristysvirheitä ei löytynyt. Näytteelle 1 laboratorioiden 5, 6 ja 10 tulos sekä näytteelle 2 laboratorion 13 tulos saattaa näyttää taulukossa (20) olevan virheellisesti pyöristetty, mutta niiden lasketut tulokset pyöristetty ylöspäin. Esimerkiksi tarkka laskettu tulos laboratorion 5 näytteelle 1 on 7,47, joka pyöristyy 7 tai 7,5 riippuen pyöristystarkkuudesta. Muille edellä mainituille laboratorioille oli sama tilanne.

Joidenkin laboratorioiden ilmoittamat tulokset ovat saattaneet olla vertailukokeiden vaatimalla yhden desimaalin tarkkuudella, mutta ovat saattaneet muuttua kokonaisluvun tarkkuudelle raporttipohjaa täytettäessä Excel-ohjelmalla sen pyöristäessä tuloksia. Excel-ohjelma pyöristää tulokset varsinkin desimaalien päättyessä nollaan.

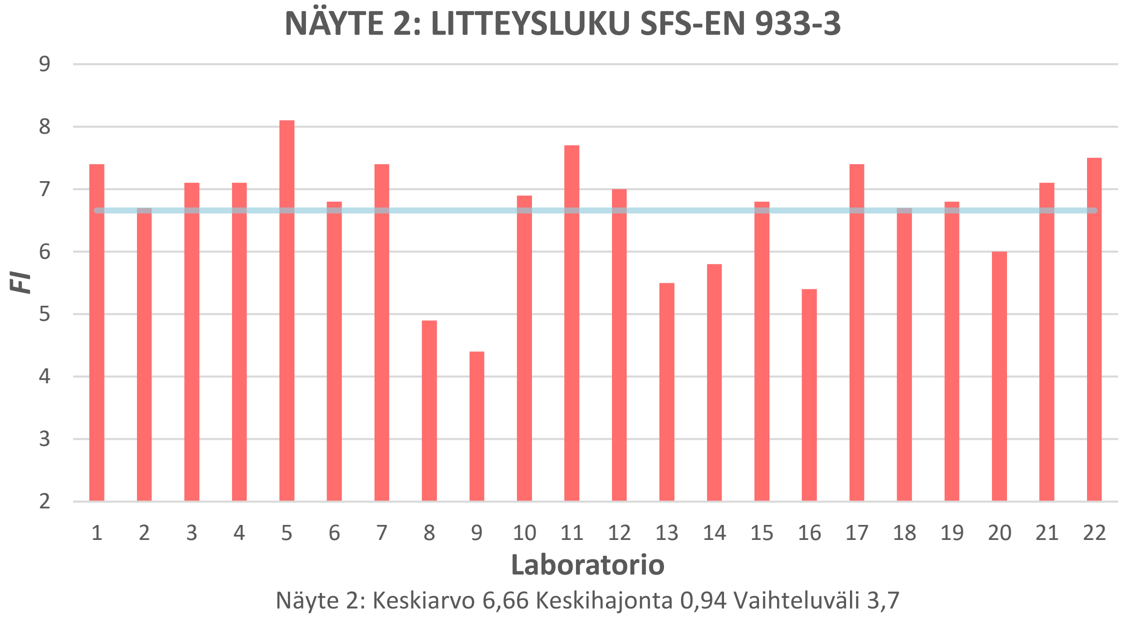
Lisäksi muutama laboratorio oli ilmoittanut tuloksensa kahden desimaalin tarkkuudella. Usein tästä ei ole haittaa ja tulos voidaan pyöristää haluttuun tarkkuuteen. Mutta viimeisen desimaalin ollessa 5, ei voida tietää onko se jo pyöristetty ylöspäin sitä edeltävästä desimaalista, mikä vaikuttaisi seuraavan desimaalin pyöristykseen. Esimerkiksi näytteelle 1 laboratorion 15 tulos $7{,}45$ on voinut olla $7{,}445 - 7{,}449$ tai $7{,}450 - 7{,}454$, jotka pyöristyvät yhden desimaalin tarkkuudella eri tuloksiksi.

Molemmille näytteille laskettiin keskiarvot, keskihajonnat (kaava 1) ja vaihteluvälit (liitteet 12 & 13). Näytteistä piirrettiin tämän jälkeen kaaviot (kuvio 17 & 18) vertailukokeiden raporttia varten. Niistä voitiin myös silmämääräisesti tarkastella, jos jonkin laboratorion tulos olisi ollut selvästi virheellinen, milloin tulos oltaisiin voitu poistaa jo ennen tilastollista tarkastelua. Kaavioissa palkit ovat laboratorion tulos näytteelle ja harmaa viiva on näytteen keskiarvo.



KUVIO 17. Näyte 1 litteysluku

Kuviosta (17) huomattiin laboratorioiden näytteen 1 tulosten olevan pääsääntöisesti lähellä keskiarvoa. Ainoastaan laboratorioiden 4 ja 9 tulos oli kaukana keskiarvosta, mutta ne päätettiin silti vielä pitää mukana tarkastelussa. Vaihteluväli oli näytteelle 1 suuri.



KUVIO 18. Näyte 2 litteysluku

Kuviosta (18) huomattiin laboratorioiden näytteen 2 tulosten olevan pääsääntöisesti lähellä keskiarvoa. Ainoastaan laboratorion 9 tulos oli kaukana keskiarvosta, mutta se päätettiin silti vielä pitää mukana tarkastelussa. Vaihteluväli oli suuri myös näytteelle 2.

Tilastollinen vertailu litteysluvulle suoritettiin laskemalla Grubbsin testin statistiikka molemmille näytteille tarkastellen yksittäisiä ja kahta ääriarvoa (liitteet 12 & 13) kaavoilla (4, 5, 6 & 10). Grubbsin testin statistiikan arvot koottiin taulukkoon (21) ja niitä verrattiin Grubbsin testin kriittisiin arvoihin (liite 2). (ISO 5725-2:1994, 22)

TAULUKKO 21. Grubbsin testin statistiikka

	Single		Double	
	Low	High	Low	High
Näyte 1	2,531	2,502	0,572	0,612
Näyte 2	2,398	1,530	0,517	0,814
1 %	3,060		0,393	
5 %	2,758		0,471	

Molempien näytteiden tulokset olivat hyväksyttäviä Grubbsin testin statistiikan arvojen jäädessä yksittäisten ääriarvojen tarkastelussa alle 5 % kriittisen arvon ja kahden ääriarvon tarkastelussa niiden olevan yli 5 % kriittisen arvon. Kaavioista (kuvio 17 & 18) huomatut kaukana keskiarvosta olleet tulokset olivat Grubbsin testillä hyväksyttäviä.

6 AIKAISEMMAT VERTAILUKOKEET

Aikaisemmissa vertailukokeissa oltiin tarkasteltu muiden testien lisäksi myös kuulamyllyä. Verrattiin aikaisempien vertailukokeiden tuloksia omiin arvoihin ja keskityttiin tarkastelussa uusittavuuden ja toistettavuuden arvoihin. Tarkasteltiin myös, että oliko aikaisemmissa vertailukokeissa löytynyt poikkeamia laboratorioiden tuloksissa. Tulokset saatiin PANK-laboratoriotoimikunnan vuosien 2010 ja 2015 vertailukoeraporteista: Vertailukoeraportti 2010 – kiviaineksen testit ja Kiviainesten vertailukokeet 2015.

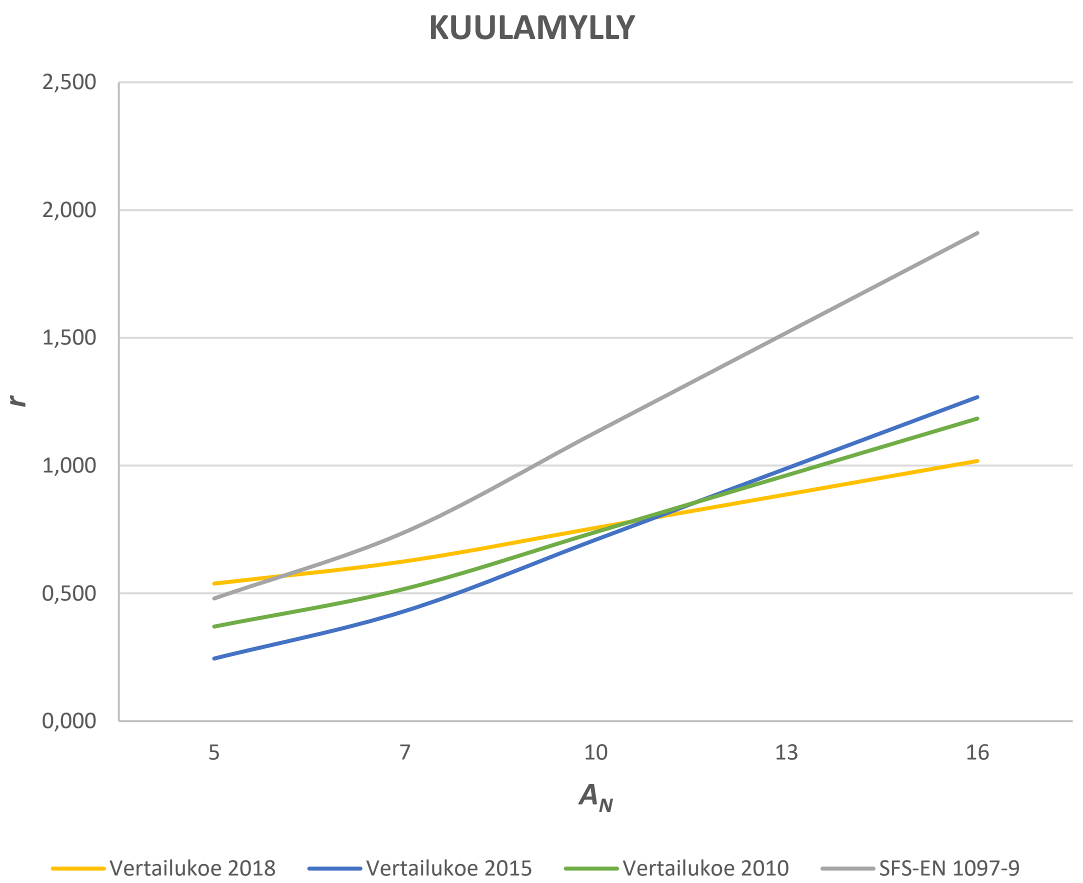
Vuoden 2018 vertailukokeessa Grubbsin testillä ei löytynyt kuin yksi tilastollisesti poikkeava (straggler) tulos, joka poistettiin. Cochranin testillä kaikki tulokset olivat hyväksyttyjä. Poikkeavat tulokset poistettiin tilastollisesta tarkastelusta. Vuoden 2010 vertailukokeessa löytyi neljä tilastollisesti poikkeavaa tulosta, jotka pidettiin tilastollisessa tarkastelussa mukana niiden vaikutuksen ollessa pieni toistettavuuteen ja uusittavuuteen (Kuula-Väisänen 2010, 10). Cochranin ja Grubbsin testiä ei suoritettu vuoden 2015 vertalukokeessa tai niitä ei ainakaan raportissa ollut.

Vanhoista vertailukokeista otettiin toistettavuuden ja uusittavuuden kaavat, joita verrattiin opinnäytetyön ja menetelmästandardin kaavoihin laskemalla tuloksia eri kuulamyllyarvoille (taulukko 22). Kuulamylly arvot valittiin väliltä $5 - 16$, jolle menetelmästandardissa toistettavuus ja uusittavuus oli määritetty vuonna 1994 Pohjoismaissa suoritetun vertailukokeen perusteella. Siihen oli osallistunut 11 laboratoriota, joissa tehtiin kahdeksasta näytteestä jokaisesta kaksi yksittäistestinäytettä. (SFS-EN 1097-9, 10)

TAULUKKO 22. Kuulamyllyn toistettavuus ja uusittavuus

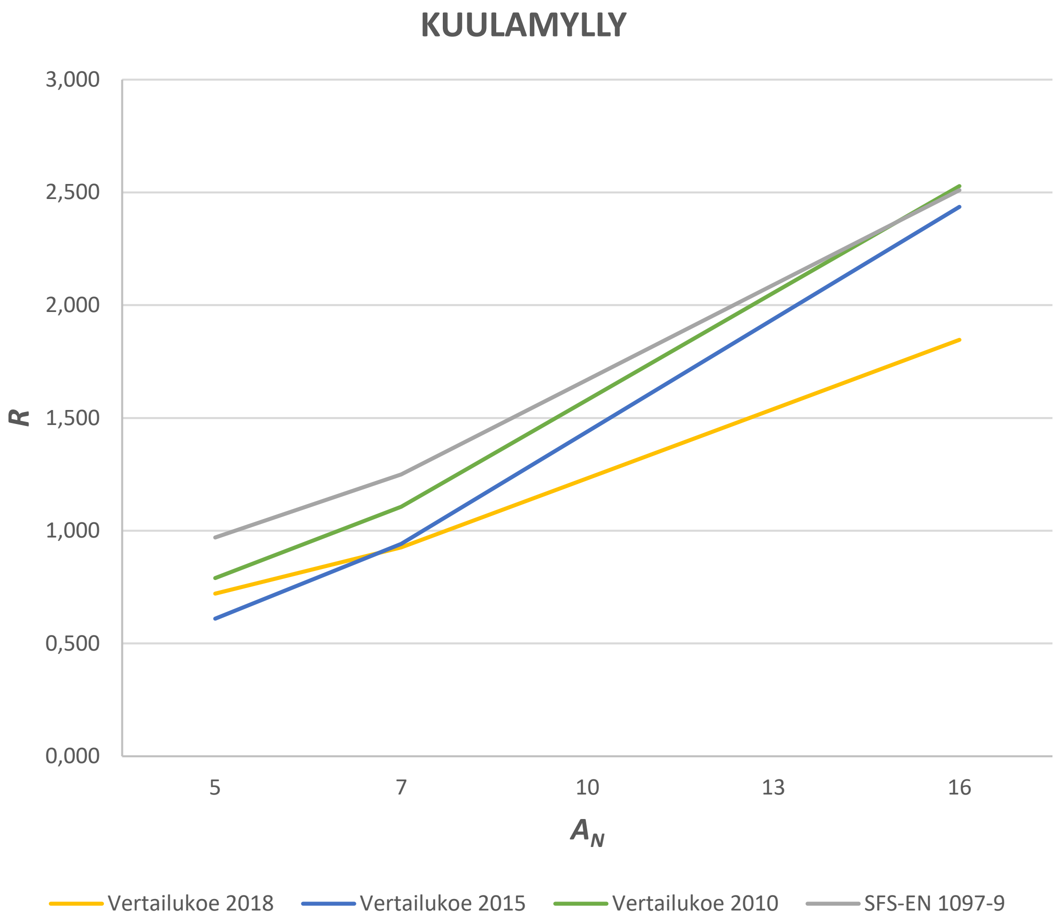
A_N	Vertailukoe 2018 r=0,0436*A_N+0,3204	Vertailukoe 2015 r=0,093*A_N-0,22	Vertailukoe 2010 r=0,074*A_N	SFS-EN 1097-9 r=0,13*A_N-0,17
5	0,538	0,245	0,370	0,480
7	0,626	0,431	0,518	0,740
10	0,756	0,710	0,740	1,130
13	0,887	0,989	0,962	1,520
16	1,018	1,268	1,184	1,910
A_N	R=0,1023*A_N+0,2096	R=0,166*A_N-0,22	R=0,158*A_N	R=0,14*A_N+0,27
5	0,721	0,610	0,790	0,970
7	0,926	0,942	1,106	1,250
10	1,233	1,440	1,580	1,670
13	1,540	1,938	2,054	2,090
16	1,846	2,436	2,528	2,510

Taulukosta (22) huomattiin toistettavuuden ja uusittavuuden olevan vertailukokeissa suurimmalta osin parempia kuin menetelmästandardissa. Vertailukokeiden arvot olivat keskenään vertailukelpoiset ollessaan melko lähellä toisiaan. Päätettiin piirtää arvoista vielä kuvaajat toistettavuudesta ja uusittavuudesta selkeyttämään vertailua (kuvio 19 & 20). Kuvaajissa menetelmästandardien arvoja kuvaa harmaa viiva, keltainen viiva on opinnäytetyön vertailukoe, sininen viiva on 2015 vuoden vertailukoe ja vihreä viiva on 2010 vuoden vertailukoe.



KUVIO 19. Vertailukokeiden ja menetelmästandardin toistettavuus

Kuvaajasta (kuvio 19) näkee selkeästi vertailukokeiden toistettavuuden olleen parempi kuin menetelmästandardin. Ainoastaan opinnäytetyön vertailukokeen toistettavuus oli ylitse menetelmästandardin alle kuuden kuulamyllyarvoilla. Tosin se on niin lähellä menetelmästandardin toistettavuutta, että sen voidaan katsoa olevan sama. Myös vanhempien vertailukokeiden toistettavuus on samaa luokkaa opinnäytetyön kanssa.



KUVIO 20. Vertailukokeiden ja menetelmästandardin uusittavuus

Opinnäytetyön uusittavuuden huomattiin kuvaajasta (kuvio 20) olevan suurilla kuulamyllyarvoilla parempi kuin menetelmästandardi tai vanhemmat vertailukokeet. Vanhat vertailukokeet ja menetelmästandardi olivat keskenään vertailukelpoiset arvojen ollessa lähellä toisiaan.

7 POHDINTA

Opinnäytetyön tavoitteena oli tarkastella vertailukokeiden tuloksia tilastollisella vertailulla ja varmistaa laatu vertailukokeisiin osallistuneiden laboratorioiden kesken. Lisäksi verrattiin keskenään tilastollisen tarkastelun graafista ja laskennallista menetelmää. Tarkoituksena oli tuoda graafinen Mandelin menetelmä mukaan tilastolliseen tarkasteluun.

Vertaamalla tilastollisen vertailun tuloksia menetelmästandardeihin ja vanhempiin vertailukokeisiin huomattiin vuoden 2018 vertailukokeiden onnistuneen hyvin. Vertailukokeissa löytyi vähemmän virheellisiä tuloksia kuin aikaisemmista vertailukokeista Cochranin ja Grubbsin testillä. Tämä tosin selittyy sillä, että nyt vertailukokeisiin osallistui enemmän laboratorioita kuin aikaisemmin.

Vuoden 2018 vertailukokeessa testien toistettavuus ja uusittavuus olivat vertailukelpoisia menetelmästandardien ja vanhempien vertailukokeiden kanssa. Kuulamyllyn toistettavuus jäi huonommaksi kuin menetelmästandardissa ja vanhemmissa vertailukokeissa pienillä arvoilla, mutta suurilla arvoilla se oli parempi. Uusittavuus oli menetelmästandardia parempi ja samaa tasoa vanhempien vertailukokeiden kanssa. Näytteiden määrä vaikutti uusittavuuden ja toistettavuuden luotettavuuteen vertailukokeissa. Kahdella näytteellä ei laskettua luotettavaa toistettavuutta tai uusittavuutta ja näytteitä olisi voinut olla enemmän. Tämä huomattiin ongelmaksi varsinkin kiintotiheyden ja litteysluvun kanssa, koska näytteiden tulokset olivat lähellä toisiaan, jolloin ei voitu luotettavasti arvioida uusittavuutta ja toistettavuutta.

Tilastollisessa vertailussa ainoastaan laboratorion 16 näytteen 2 tulos kiintotiheydelle osoittautui Grubbsin testillä tilastollisesti virheelliseksi (statistical outlier) ja laboratorion 4 näytteen 2 yksittäistestinäytteen I tulos kuulamyllylle osoittautui Grubbsin testillä tilastollisesti poikkeavaksi (straggler). Laboratorion 16 näytteen 2 tulosta kiintotiheydelle ei osattu selittää mittaustulosten puutteen takia. Se on voinut olla inhimillinen- tai laskuvirhe, esimerkiksi on unohdettu poistaa verkkokorin massa kiintotiheyden määrityksessä. Laboratorion 4 näytteen 2 yksittäistestinäytteen I tulos kuulamyllylle ei selittynyt suoraan mittaustuloksista. Laboratorion 4 näytteen 2 litteysluku tai kiintotiheys ei ollut mitenkään poikkeava keskiarvosta. Myöskin laboratorion 4 sisäinen keskihajonta oli pieni, joten yksittäistestinäytteet olivat tehty samalla menetelmällä, milloin inhimillinen virhe ei selitä tuloksen poikkeavuutta. Ainoaksi selitykseksi jää joko laboratorion menetelmässä on virhe tai laboratorion laitteistossa on vikaa. Tosin laboratorio oli onnistunut molemmissa yksittäistestinäytteissä näytteelle 1 saamaan hyväksyttävät kuulamyllytulokset. Molempien laboratorioiden virheellisten tulosten selvitys vaatii lisätoimenpiteitä ja laboratorioilta on kysyttävä lisätietoa.

Mandelin menetelmällä löydettiin enemmän tilastollisesti poikkeavia ja virheellisiä tuloksia, mikä selittyy testin eri kriittisistä arvoista verrattuna laskennalliseen menetelmään. Mandelin menetelmällä on tarkoitus etsiä yhtäläisyyksiä laboratorion sisäisistä tuloksista ja arvioida sen avulla mistä laboratorion poikkeavuudet johtuivat. Laboratorio 4 molempien näytteiden h-arvot olivat huomattavasti alhaisempia kuin keskiarvo, joten voidaan arvioida laboratorion menetelmän tai laitteiston aiheuttavan sen. Tätä ei voida varmistaa luotettavasti, koska testinäytteitä oli vain kaksi. Useammalla näytteellä se oltaisiin voitu varmistaa. Mandelin menetelmän lisääminen tilastolliseen tarkasteluun tuo lisäarvoa, koska sen avulla voidaan arvioida mistä poikkeavat tulokset johtuvat. Laskennallinen menetelmä ilmoittaa vain poikkeavat tulokset. Kuulamyllyn poikkeavia tuloksia ei voitu selittää tässä vertailukokeessa kiintotiheyden tai litteysluvun avulla, mutta Mandelin menetelmällä kuulamyllyn poikkeamat voitiin arvioida.

Vaikka vertailukokeissa ei suurempia virheitä löytynyt, laboratorioilla oli paljon pienempiä virheitä. Eniten virheitä tapahtui tulosten ilmoittamisessa ja vähemmän käytettyjen standardien lukemisessa. Virheet olivat pääsääntöisesti pieniä ja laboratorioiden näytteille voitiin laskea uudet tulokset tilastolliseen tarkasteluun. Tulosten ilmoittamisvirheistä oltaisiin päästy eroon laittamalla raporttipohjaan vielä selkeämmin haluttu tarkkuus sekä ilmoittaa erikseen kiintotiheydelle ja litteysluvulle haluttu tarkkuus. Mandelin menetelmällä voisi jatkossakin analysoida vertailukokeiden tuloksia sen helpottaessa mahdollisten poikkeamien selvitystä. Muita vertailukokeita parantavana ehdotuksena olisi useampi näyte, joilla olisi eri kuulamyllyarvot. Tällöin saataisiin paremmin tarkasteltua laboratorioiden sisäistä hajontaa ja Mandelin menetelmällä varmistettua paremmin poikkeavuuksia laboratorion sisällä. Myöskin toistettavuus ja uusittavuus voitaisiin silloin laskea luotettavammin.

LÄHTEET

ISO 5725-2 1994. Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method. Geneve, Sveitsi: International Organization for Standardization. Luettu 1.6.2018. Vaatii käyttöoikeuden.

Laaksonen, R. Laukkanen, K. & Alkio, R. 2008. Päällysteen laadun testaus- ja mittausmenetelmien tarkkuus. Vaihe 1: Esiselvitys. Helsinki: Tiehallinto.

Lynch, A. & Rowland, C. 2009. The History of Grinding. Littleton, Colorado, Yhdysvallat: Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc.

MIKES. 2005. Metrologian neuvottelukunta. Kemian ja mikrobiologian jaosto. Kemian metrologian opas.

Rantamäki, M., Jääskeäinen, R. & Tammirinne, M. 1979. Geotekniikka. 21. muuttumaton painos. Helsinki: Otatieto Oy.

SFS-EN 932-6 1999. Kiviainesten yleisten ominaisuuksien testaus. Osa 6: Toistettavuuden ja uusittavuuden määritelmät. Helsinki: Suomen Standardisoimisliitto SFS ry. Luettu 11.7.2018. Vaatii käyttöoikeuden.

SFS-EN 933-1 2012. Kiviainesten geometristen ominaisuuksien testaus. Osa 1: Rakeisuuden määrittäminen. Seulontamenetelmä. Helsinki: Suomen Standardisoimisliitto SFS ry. Luettu 10.7.2018. Vaatii käyttöoikeuden.

SFS-EN 933-2 1996. Kiviainesten geometristen ominaisuuksien testaus. Osa 2: Rakeisuuden määrittäminen. Seulasarjat, aukkojen nimelliskoko. Helsinki: Suomen Standardisoimisliitto SFS ry. Luettu 11.7.2018. Vaatii käyttöoikeuden.

SFS-EN 933-3 2012. Kiviainesten geometristen ominaisuuksien testaus. Osa 3: Raemuodon määrittäminen. Litteysluku. Helsinki: Suomen Standardisoimisliitto SFS ry. Luettu 13.7.2018. Vaatii käyttöoikeuden.

SFS-EN 1097-6 2014. Kiviainesten mekaanisten ja fysikaalisten ominaisuuksien testaus. Osa 6: Kiintotiheyden ja vedenimukyvyn määrittäminen. Helsinki: Suomen Standardisoimisliitto SFS ry. Luettu 15.7.2018. Vaatii käyttöoikeuden.

SFS-EN 1097-9 2014. Kiviainesten mekaanisten ja fysikaalisten ominaisuuksien testaus. Osa 9: Nastarengaskulutuskestävyyden määrittäminen. Pohjoismainen testi (kuulamyllymenetelmä). Helsinki: Suomen Standardisoimisliitto SFS ry. Luettu 11.7.2018. Vaatii käyttöoikeuden.

Torppa, A. & Räisänen M. 2008. Kiviainesten raekoon, muodon ja geologisten ominaisuuksien vaikutus hiljaisten asfalttien kulumiseen. Geologian Tutkimuskeskus. Luettu. 4.8.2018 https://nordicenvicon.fi/data/hue446gs/5.%20Kiviainekset_ominaisuudet.doc

LIITTEET

Liite 1. Cochranin testin kriittiset arvot

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 = number of laboratories at a given level

n = number of test results per cell (see 7.3.3.3)

Liite 2. Grubbsin testin kriittiset arvot

p	One largest or one smallest		Two largest or two smallest	
	Upper 1 %	Upper 5 %	Lower 1 %	Lower 5 %
3	1,155	1,155	—	—
4	1,496	1,481	0,000 0	0,000 2
5	1,764	1,715	0,001 8	0,009 0
6	1,973	1,887	0,011 6	0,034 9
7	2,139	2,020	0,030 8	0,070 8
8	2,274	2,126	0,056 3	0,110 1
9	2,387	2,215	0,085 1	0,149 2
10	2,482	2,290	0,115 0	0,186 4
11	2,564	2,355	0,144 8	0,221 3
12	2,636	2,412	0,173 8	0,253 7
13	2,699	2,462	0,201 6	0,283 6
14	2,755	2,507	0,228 0	0,311 2
15	2,806	2,549	0,253 0	0,336 7
16	2,852	2,585	0,276 7	0,360 3
17	2,894	2,620	0,299 0	0,382 2
18	2,932	2,651	0,320 0	0,402 5
19	2,968	2,681	0,339 8	0,421 4
20	3,001	2,709	0,358 5	0,439 1
21	3,031	2,733	0,376 1	0,455 6
22	3,060	2,758	0,392 7	0,471 1
23	3,087	2,781	0,408 5	0,485 7
24	3,112	2,802	0,423 4	0,499 4
25	3,135	2,822	0,437 6	0,512 3
26	3,157	2,841	0,451 0	0,524 5
27	3,178	2,859	0,463 8	0,536 0
28	3,199	2,876	0,475 9	0,547 0
29	3,218	2,893	0,487 5	0,557 4
30	3,236	2,908	0,498 5	0,567 2
31	3,253	2,924	0,509 1	0,576 6
32	3,270	2,938	0,519 2	0,585 6
33	3,286	2,952	0,528 8	0,594 1
34	3,301	2,965	0,538 1	0,602 3
35	3,316	2,979	0,546 9	0,610 1
36	3,330	2,991	0,555 4	0,617 5
37	3,343	3,003	0,563 6	0,624 7
38	3,356	3,014	0,571 4	0,631 6
39	3,369	3,025	0,578 9	0,638 2
40	3,381	3,036	0,586 2	0,644 5

Reproduced, with the permission of the American Statistical Association, from reference [4] in annex C.

p = number of laboratories at a given level

Liite 3. Mandelin testin kriittiset h- ja k-arvot

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	2,02	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 = number of laboratories at a given level

n = number of replicates within each laboratory at that level

NOTE — Supplied by Dr. J. Mandel and published with his permission.

Liite 4. Raportointipohja

Vertailukokeet 2018

Laboratorion numero:

KUULAMYLLY SFS-EN 1097-9
HUOM. Tehdään 2 yksittäistestiä

	Näyte:1		Näyte:2	
	I	II	I	II
Testinäyte (g)				
> 2 mm (g)				
A_N				

Näyte:1		Näyte:2	
Kiintotiheys, verkkokori		Kiintotiheys, verkkokori	
Tulos		Tulos	

Kuulamyllyn ja kiintotiheyden tulokset kahden desimaalin tarkkuudella

LITTEYSLUKU SFS-EN 933-3

Näyte:1

Koko näytteen massa ennen seulontaa (g):

Raekokolajite (mm)	Lajitteen massa (g)	Välppäseula	Välppäseulan läpäissyt massa (g)	Litteysluku
16/20		10		
12,5 / 16		8		
10 / 12,5		6,3		
8 / 10		5		
6,3 / 8		4		
5/6,3		3,15		
4/5		2,5		
			Koko näytteen FI	

Näyte:2

Koko näytteen massa ennen seulontaa (g):

Raekokolajite (mm)	Lajitteen massa (g)	Välppäseula	Välppäseulan läpäissyt massa (g)	Litteysluku
16/20		10		
12,5 / 16		8		
10 / 12,5		6,3		
8 / 10		5		
6,3 / 8		4		
5/6,3		3,15		
4/5		2,5		
			Koko näytteen FI	

Kuvat km-näytteistä otetaan ennen ja jälkeen testien. Kuvauksen ajaksi näytteet laitetaan valkoisen paperin päällä ja paperiin merkitään näytteen numero (1/1, 1/2, 2/1 ja 2/2)

Liite 5. Omien tulosten laskut

Ominaispainosta johtuva korjaus

	ρ_p (Mg/m³)	$m_1(11{,}2-14)\ \mathrm{g} = \frac{650 \cdot \rho_p}{2{,}65}$ (g)	$m_2(14-16)\ \mathrm{g} = \frac{350 \cdot \rho_p}{2{,}65}$ (g)
Näyte 1	2,69	659,81	355,28
Näyte 2	2,92	716,22	385,66

Seulonnan hyväksyttävyys

	M_0 (g)	M_1 (g)	$M_{<4\ \mathrm{mm}}$ (g)	$M_{hylätty}$ (g)	$\Delta M = \frac{M_0 - (M_1 + M_{<4\ \mathrm{mm}} + M_{hylätty})}{M_0} \cdot 100\ \%$ (%)
Näyte 1	3007,1	2965,4	12,0	26,7	0,1
Näyte 2	3009,5	2994,9	13,2	0	0,05

Kuulamyllyarvo

		M_1 (g)	M_2 (g)	$A_N = \frac{100 \cdot (M_1 - M_2)}{M_1}$
Näyte 1	I	1015,36	968,63	4,60
	II	1014,83	965,06	4,90
Näyte 2	I	1101,76	955,57	13,27
	II	1101,41	958,42	12,98

Kiintotiheys

		ρ_w (Mg/m³)	M_1 (g)	M_2 (g)	$\rho_p = \rho_w \frac{M_1}{M_1 - M_2}$ (Mg/m³)	Keskiarvo (Mg/m³)
Näyte 1	I	0,9984	1000,30	628,64	2,687	2,69
	II		1000,16	628,69	2,688	
Näyte 2	I		1000,66	658,61	2,921	2,92
	II		1000,69	658,60	2,921	

Litteysluku

	M_1 (g)	M_2 (g)	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
Näyte 1	2965,4	215,3	7,3
Näyte 2	2994,9	223,6	7,5

Liite 6. Näyte 1 kuulamyllyn tulokset ja laskut

NÄYTE 1: KUULAMYLLY SFS-EN 1097-9

Lab	Yksittäistestinäyte I M_1	M_2	Ilmoitettu A_N	Laskettu $A_N = \frac{100\cdot(M_1-M_2)}{M_1}$	Yksittäistestinäyte II M_1	M_2	Ilmoitettu A_N	Laskettu $A_N = \frac{100\cdot(M_1-M_2)}{M_1}$	Yksittäistestinäyte I y_I	Yksittäistestinäyte II y_{II}	Keskiarvo $x_i = \frac{y_I+y_{II}}{2}$	Vaihteluväli $w_i = \lvert y_I - y_{II}\rvert$	Keskihajonta $s_i = \frac{\lvert y_I-y_{II}\rvert}{\sqrt{2}}$	Mandelin h-arvo $h_i = \frac{x_i-\bar{x}}{\sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(\bar{x}_i-\bar{\bar{x}})^2}}$	Mandelin k-arvo $k_i = \frac{s_i\sqrt{p}}{\sqrt{\sum_{i=1}^{p}s_i^2}}$
1	1003,8	960,4	4,32	4,32	1003,9	959,5	4,42	4,42	4,32	4,42	4,37	0,10	0,07	-0,719	0,383
2	1012,6	969,0	4,31	4,31	1012,0	963,1	4,83	4,83	4,31	4,83	4,57	0,52	0,37	0,276	1,990
3	1012,3	964	4,77	4,77	1008,9	963,6	4,49	4,49	4,77	4,49	4,63	0,28	0,20	0,574	1,071
4	1014,5	971,2	4,3	4,27	1013,6	970,9	4,2	4,21	4,27	4,21	4,24	0,06	0,04	-1,366	0,230
5	1015,9	973,3	4,19	4,19	1016,7	974,0	4,2	4,20	4,19	4,20	4,20	0,01	0,01	-1,590	0,038
6	1008,8	960,9	4,75	4,75	1008,8	964,8	4,36	4,36	4,75	4,36	4,56	0,39	0,27	0,201	1,492
7	1017,4	971,6	4,50	4,50	1017,0	968,2	4,80	4,80	4,50	4,80	4,65	0,30	0,21	0,674	1,148
8	1018	971	4,6	4,62	1018	972	4,5	4,52	4,62	4,52	4,57	0,10	0,07	0,276	0,383
9	1010,8	965,3	4,5	4,50	1011,4	963,1	4,8	4,78	4,50	4,78	4,64	0,28	0,19	0,624	1,071
10	1011,7	967,5	4,4	4,37	1012,1	964,2	4,7	4,73	4,37	4,73	4,55	0,36	0,26	0,176	1,378
11	1000,10	949,70	5,1	5,04	1000,00	950,5	5	4,95	5,04	4,95	5,00	0,09	0,06	2,390	0,344
12	1011,5	967,8	4,3	4,32	1011,7	967,1	4,4	4,41	4,32	4,41	4,37	0,09	0,06	-0,744	0,344
13	1019,1	969,9	4,83	4,83	1018,8	973,4	4,46	4,46	4,83	4,46	4,65	0,37	0,26	0,649	1,416
14	1016,8	970,0	4,6	4,60	1017,3	974,1	4,2	4,25	4,60	4,25	4,43	0,35	0,25	-0,445	1,339
15	1014,0	969,7	4,37	4,37	1014,1	967,6	4,59	4,59	4,37	4,59	4,48	0,22	0,15	-0,172	0,842
16	1011,1	967,4	4,32	4,32	1011,1	967,5	4,31	4,31	4,32	4,31	4,32	0,01	0,01	-0,993	0,038
17	1018,8	973,8	4,42	4,42	1018,4	975,5	4,21	4,21	4,42	4,21	4,32	0,21	0,15	-0,993	0,804
18	1012,4	965,8	4,60	4,60	1011,7	966,8	4,44	4,44	4,60	4,44	4,52	0,16	0,11	0,027	0,612
19	1013,4	967,2	4,6	4,56	1013,3	965,3	4,7	4,74	4,56	4,74	4,65	0,18	0,13	0,674	0,689
20	1010,94	962,91	4,8	4,75	1011,03	963,63	4,7	4,69	4,75	4,69	4,72	0,06	0,04	1,022	0,230
21	1003,6	963,8	4,00	3,97	1004,7	960,8	4,40	4,37	3,97	4,37	4,17	0,40	0,28	-1,714	1,531
22	1015,36	968,63	4,60	4,60	1014,83	965,06	4,90	4,90	4,60	4,90	4,75	0,30	0,22	1,171	1,148

Grubbsin testi		
Statistiikka suurimmalle	$G_p = (x_p - \bar{x})/s$	2,390
Statistiikka pienimmälle	$G_1 = (\bar{x} - x_1)/s$	1,714
Otosvarianssi	$s_0^2 = \sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2$	0,849
Keskiarvo ilman kahta suurinta	$\bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=1}^{p-2} x_i$	4,479
Keskiarvo ilman kahta pienintä	$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=3}^{p} x_i$	4,548
Varianssi ilman kahta suurinta	$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2}(x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2$	0,537
Varianssi ilman kahta pienintä	$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^{p-2}(x_i - \bar{x}_{1,2})^2$	0,606
Statistiikka ilman kahta suurinta	$G_{p-1,p} = s_{p-1,p}^2/s_0^2$	0,714
Statistiikka ilman kahta pienintä	$G_{1,2} = s_{1,2}^2/s_0^2$	0,632

Cochranin testi		
Statistiikka	$C = \frac{s_{max}^2}{\sum_{i=1}^{p} s_i^2}$	0,180

Laboratorioiden väliset		
Keskiarvo	$\bar{x} = \frac{1}{p}\sum_{i=1}^{p} x_i$	4,51
Keskihajonta	$s = \sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2}$	0,20
Vaihteluväli	$w = x_p - x_1$	0,83

Toistettavuus ja uusittavuus		
Toistettavuus-varianssi	$s_r^2 = \frac{\sum_{i=1}^{p}(n_i - 1)s_i^2}{\sum_{i=1}^{p}(n_i - 1)}$	0,0341
Toistettavuus	$r = \sqrt{s_r^2}\cdot 2,8$	0,517
Kehitetty keskiarvo	$\bar{\bar{x}} = \frac{\sum_{i=1}^{p} n_i x_i}{\sum_{i=1}^{p} n_i}$	4,51
Toistomittausten kehitetty keskiarvo	$\bar{\bar{n}} = \frac{1}{p-1}\left[\sum_{i=1}^{p} n_i - \frac{\sum_{i=1}^{p} n_i^2}{\sum_{i=1}^{p} n_i}\right]$	2
Otosvarianssi	$s_d^2 = \frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p} n_i(x_i - \bar{\bar{x}})^2$	0,0808
Laboratorioiden välinen varianssi	$s_L^2 = \frac{s_d^2 - s_r^2}{\bar{\bar{n}}}$	0,0233
Uusittavuus-varianssi	$s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$	0,0575
Uusittavuus	$R = \sqrt{s_R^2}\cdot 2,8$	0,671

Liite 7. Näyte 2 kuulamyllyn tulokset ja laskut

NÄYTE 2: KUULAMYLLY SFS-EN 1097-9

Lab	Yksittäistestinäyte I M_1	M_2	Ilmoitettu A_N	Laskettu $A_N = \frac{100 \cdot (M_1 - M_2)}{M_1}$	Yksittäistestinäyte II M_1	M_2	Ilmoitettu A_N	Laskettu $A_N = \frac{100 \cdot (M_1 - M_2)}{M_1}$	Yksittäistestinäyte I y_I	II y_{II}	Keskiarvo $x_i = \frac{y_I + y_{II}}{2}$	Vaihteluväli $w_i = \lvert y_I - y_{II} \rvert$	Keskihajonta $s_i = \frac{\lvert y_I - y_{II} \rvert}{\sqrt{2}}$	Mandelin h-arvo $h_i = \frac{x_i - \bar{x}}{\sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2}}$	Mandelin k-arvo $k_i = \frac{s_i\sqrt{p}}{\sqrt{\sum_{i=1}^{p} s_i^2}}$
1	1090,4	947	13,15	13,15	1090,4	952,1	12,68	12,68	13,15	12,68	12,92	0,47	0,33	-0,461	1,046
2	1102,6	954,2	13,5	13,46	1101,9	948	13,95	13,97	13,46	13,97	13,72	0,51	0,36	0,932	1,136
3	1095,4	947	13,55	13,55	1095,4	948,8	13,38	13,38	13,55	13,38	13,47	0,17	0,12	0,497	0,379
4	1103,5	978,2	11,4	11,35	1104,1	974,8	11,7	11,71	11,35	11,71	11,53	0,36	0,26	-2,873	0,802
5	1103,4	964	12,63	12,63	1104,2	969,6	12,2	12,19	12,63	12,19	12,41	0,44	0,31	-1,340	0,980
6	1097,8	948,4	13,61	13,61	1097,2	953,9	13,06	13,06	13,61	13,06	13,34	0,55	0,39	0,271	1,225
7	1104,8	959,6	13,16	13,14	1104,5	957,6	13,30	13,30	13,14	13,30	13,22	0,16	0,11	0,070	0,356
8	1105	953	13,8	13,76	1105	953	13,8	13,76	13,76	13,76	13,76	0,00	0,00	1,011	0,000
9	1091,8	945,2	13,4	13,43	1092	944,5	13,5	13,51	13,43	13,51	13,47	0,08	0,05	0,506	0,178
10	1096,6	949,6	13,4	13,41	1096,4	954	13,0	12,99	13,41	12,99	13,20	0,42	0,30	0,036	0,935
11	1001,10	861,50	14,0	13,94	1000,50	859,1	14	14,13	13,94	14,13	14,04	0,19	0,14	1,490	0,423
12	1098,7	951,5	13,4	13,40	1098,3	958,6	12,7	12,72	13,40	12,72	13,06	0,68	0,48	-0,208	1,514
13	1105,6	952,6	13,84	13,84	1105,6	953,8	13,73	13,73	13,84	13,73	13,79	0,11	0,08	1,054	0,245
14	1102,8	961,3	12,8	12,83	1102,6	960,1	12,9	12,92	12,83	12,92	12,88	0,09	0,07	-0,530	0,200
15	1100,2	959,6	12,78	12,78	1100,6	957,9	12,97	12,97	12,78	12,97	12,88	0,19	0,13	-0,530	0,423
16	1131,8	984,9	12,98	12,98	1131,6	984,9	12,96	12,96	12,98	12,96	12,97	0,02	0,01	-0,365	0,045
17	1112,4	957,1	13,96	13,96	1112,7	957	13,99	13,99	13,96	13,99	13,98	0,03	0,02	1,385	0,067
18	1100,6	966,9	12,15	12,15	1099,8	955,5	13,12	13,12	12,15	13,12	12,64	0,97	0,69	-0,948	2,160
19	1104	958,7	13,2	13,16	1104,1	956,3	13,4	13,39	13,16	13,39	13,28	0,23	0,16	0,166	0,512
20	1093,52	943,69	13,7	13,70	1093,45	945,22	13,6	13,56	13,70	13,56	13,63	0,14	0,10	0,784	0,312
21	1093,8	961,6	12,1	12,09	1093,7	948,4	13,3	13,29	12,09	13,29	12,69	1,20	0,85	-0,853	2,672
22	1101,76	955,57	13,27	13,27	1101,41	958,42	12,98	12,98	13,27	12,98	13,13	0,29	0,20	-0,095	0,646

Grubbsin testi		1.	2.
Statistiikka suurimmalle	$G_p = (x_p - \bar{x})/s$	1,490	1,539
Statistiikka pienimmälle	$G_1 = (\bar{x} - x_1)/s$	2,873	2,685
Otosvarianssi	$s_0^2 = \sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2$	6,925	6,362
Keskiarvo ilman kahta suurinta	$\bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=1}^{p-2} x_i$	13,097	13,106
Keskiarvo ilman kahta pienintä	$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=3}^{p} x_i$	13,301	13,301
Varianssi ilman kahta suurinta	$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2}(x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2$	5,424	4,891
Varianssi ilman kahta pienintä	$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^{p-2}(x_i - \bar{x}_{1,2})^2$	3,319	3,319
Statistiikka ilman kahta suurinta	$G_{p-1,p} = s_{p-1,p}^2/s_0^2$	0,783	0,769
Statistiikka ilman kahta pienintä	$G_{1,2} = s_{1,2}^2/s_0^2$	0,479	0,522

Cochranin testi		
Statistiikka	$C = \frac{s_{max}^2}{\sum_{i=1}^{p} s_i^2}$	0,324

Laboratorioiden väliset		
Keskiarvo	$\bar{x} = \frac{1}{p}\sum_{i=1}^{p} x_i$	13,18
Keskihajonta	$s = \sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2}$	0,57
Vaihteluväli	$w = x_p - x_1$	2,51

Toistettavuus ja uusittavuus		
Toistettavuus-varianssi	$s_r^2 = \frac{\sum_{i=1}^{p}(n_i - 1)s_i^2}{\sum_{i=1}^{p}(n_i - 1)}$	0,1026
Toistettavuus	$r = \sqrt{s_r^2} \cdot 2{,}8$	0,897
Kehitetty keskiarvo	$\bar{\bar{x}} = \frac{\sum_{i=1}^{p} n_i x_i}{\sum_{i=1}^{p} n_i}$	13,22
Toistomittausten kehitetty keskiarvo	$\bar{\bar{n}} = \frac{1}{p-1}\left[\sum_{i=1}^{p} n_i - \frac{\sum_{i=1}^{p} n_i^2}{\sum_{i=1}^{p} n_i}\right]$	1,95
Otosvarianssi	$s_d^2 = \frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p} n_i(x_i - \bar{\bar{x}})^2$	0,4995
Laboratorioiden välinen varianssi	$s_L^2 = \frac{s_d^2 - s_r^2}{\bar{\bar{n}}}$	0,2032
Uusittavuus-varianssi	$s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$	0,3058
Uusittavuus	$R = \sqrt{s_R^2} \cdot 2{,}8$	1,548

Liite 8. Mandelin muuntoarvot

	Näyte 1								Näyte 2							
							Muuntokerroin								Muuntokerroin	
	Yksittäistestinäyte		Keskiarvo	Keskihajota	Mandelin h-arvo	Mandelin k-arvo	Mandelin h-arvo	Mandelin k-arvo	Yksittäistestinäyte		Keskiarvo	Keskihajota	Mandelin h-arvo	Mandelin k-arvo	Mandelin h-arvo	Mandelin k-arvo
Lab	I y_I	II y_{II}	x_i	s_i	h_i	k_i	$V_h = \frac{x_i - \bar{x}}{h_i}$	$V_k = \frac{s_i}{k_i}$	I y_I	II y_{II}	x_i	s_i	h_i	k_i	$V_h = \frac{x_i - \bar{x}}{h_i}$	$V_k = \frac{s_i}{k_i}$
1	4,32	4,42	4,37	0,07	-0,719	0,383	0,201	0,185	13,15	12,68	12,92	0,33	-0,461	1,046	0,574	0,318
2	4,31	4,83	4,57	0,37	0,276	1,990	0,201	0,185	13,46	13,97	13,72	0,36	0,932	1,136	0,574	0,318
3	4,77	4,49	4,63	0,20	0,574	1,071	0,201	0,185	13,55	13,38	13,47	0,12	0,497	0,379	0,574	0,318
4	4,27	4,21	4,24	0,04	-1,366	0,230	0,201	0,185	11,35	11,71	11,53	0,25	-2,873	0,802	0,574	0,318
5	4,19	4,20	4,20	0,01	-1,590	0,038	0,201	0,185	12,63	12,19	12,41	0,31	-1,340	0,980	0,574	0,318
6	4,75	4,36	4,56	0,28	0,201	1,492	0,201	0,185	13,61	13,06	13,34	0,39	0,271	1,225	0,574	0,318
7	4,50	4,80	4,65	0,21	0,674	1,148	0,201	0,185	13,14	13,30	13,22	0,11	0,070	0,356	0,574	0,318
8	4,62	4,52	4,57	0,07	0,276	0,383	0,201	0,185	13,76	13,76	13,76	0,00	1,011	0,000	0,574	#JAKO/0! *
9	4,50	4,78	4,64	0,20	0,624	1,071	0,201	0,185	13,43	13,51	13,47	0,06	0,506	0,178	0,574	0,318
10	4,37	4,73	4,55	0,25	0,176	1,378	0,201	0,185	13,41	12,99	13,20	0,30	0,036	0,935	0,574	0,318
11	5,04	4,95	5,00	0,06	2,390	0,344	0,201	0,185	13,94	14,13	14,04	0,13	1,490	0,423	0,574	0,318
12	4,32	4,41	4,37	0,06	-0,744	0,344	0,201	0,185	13,40	12,72	13,06	0,48	-0,208	1,514	0,574	0,318
13	4,83	4,46	4,65	0,26	0,649	1,416	0,201	0,185	13,84	13,73	13,79	0,08	1,054	0,245	0,574	0,318
14	4,60	4,25	4,43	0,25	-0,445	1,339	0,201	0,185	12,83	12,92	12,88	0,06	-0,530	0,200	0,574	0,318
15	4,37	4,59	4,48	0,16	-0,172	0,842	0,201	0,185	12,78	12,97	12,88	0,13	-0,530	0,423	0,574	0,318
16	4,32	4,31	4,32	0,01	-0,993	0,038	0,201	0,185	12,98	12,96	12,97	0,01	-0,365	0,045	0,574	0,318
17	4,42	4,21	4,32	0,15	-0,993	0,804	0,201	0,185	13,96	13,99	13,98	0,02	1,385	0,067	0,574	0,318
18	4,60	4,44	4,52	0,11	0,027	0,612	0,201	0,185	12,15	13,12	12,64	0,69	-0,948	2,160	0,574	0,318
19	4,56	4,74	4,65	0,13	0,674	0,689	0,201	0,185	13,16	13,39	13,28	0,16	0,166	0,512	0,574	0,318
20	4,75	4,69	4,72	0,04	1,022	0,230	0,201	0,185	13,70	13,56	13,63	0,10	0,784	0,312	0,574	0,318
21	3,97	4,37	4,17	0,28	-1,714	1,531	0,201	0,185	12,09	13,29	12,69	0,85	-0,853	2,672	0,574	0,318
22	4,60	4,90	4,75	0,21	1,171	1,148	0,201	0,185	13,27	12,98	13,13	0,21	-0,095	0,646	0,574	0,318
		Keskiarvo $\bar{x}$	4,51							Keskiarvo $\bar{x}$	13,18					
		Keskihajonta s	0,201							Keskihajonta s	0,574					

*nollalla ei voi jakaa

Liite 9. Veden tiheys eri lämpötiloissa

Lämpötila °C	**Tiheys** Mg/m^3
5	1,000 0
6	0,999 9
7	0,999 9
8	0,999 8
9	0,999 8
10	0,999 7
11	0,999 6
12	0,999 5
13	0,999 4
14	0,999 2
15	0,999 1
16	0,998 9
17	0,998 8
18	0,998 6
19	0,998 4
20	0,998 2
21	0,998 0
22	0,997 8
23	0,997 5
24	0,997 3
25	0,997 0
26	0,996 8
27	0,996 5
28	0,996 2
29	0,995 9
30	0,995 6

Liite 10. Näyte 1 kiintotiheyden tulokset ja laskut

NÄYTE 1: KIINTOTIHEYS SFS-EN 1097-6

Lab	Näyte 1 x_i
1	2,67
2	2,69
3	2,69
4	2,69
5	2,69
6	2,68
7	2,71
8	2,70
9	2,69
10	2,69
11	2,71
12	2,69
13	2,70
14	2,69
15	2,70
16	2,69
17	2,71
18	2,69
19	2,70
20	2,69
21	2,67
22	2,69

Grubbsin testi		
Statistiikka suurimmalle	$G_p = (x_p - \bar{x})/s$	1,663
Statistiikka pienimmälle	$G_1 = (\bar{x} - x_1)/s$	2,089
Otosvarianssi	$s_0^2 = \sum_{i=1}^{p} (x_i - \bar{x})^2$	0,002
Keskiarvo ilman kahta suurinta	$\bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_i$	2,691
Keskiarvo ilman kahta pienintä	$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=3}^{p} x_i$	2,695
Varianssi ilman kahta suurinta	$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2$	0,002
Varianssi ilman kahta pienintä	$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^{p-2} (x_i - \bar{x}_{1,2})^2$	0,001
Statistiikka ilman kahta suurinta	$G_{p-1,p} = s_{p-1,p}^2 / s_0^2$	0,710
Statistiikka ilman kahta pienintä	$G_{1,2} = s_{1,2}^2 / s_0^2$	0,543

Laboratorioiden väliset		
Keskiarvo	$\bar{x} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^{p} x_i$	2,692
Keskihajonta	$s = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^{p} (x_i - \bar{x})^2}$	0,011
Vaihteluväli	$w = x_p - x_1$	0,040

Liite 11. Näyte 2 kiintotiheyden tulokset ja laskut

NÄYTE 2: KIINTOTIHEYS SFS-EN 1097-6

Lab	Näyte 2 x_i
1	2,90
2	2,93
3	2,92
4	2,92
5	2,93
6	2,91
7	2,94
8	2,93
9	2,90
10	2,92
11	2,91
12	2,92
13	2,93
14	2,92
15	2,93
16	3,01
17	2,96
18	2,92
19	2,94
20	2,91
21	2,91
22	2,92

Grubbsin testi		1.	2.
Statistiikka suurimmalle	$G_p = (x_p - \bar{x})/s$	3,604	2,666
Statistiikka pienimmälle	$G_1 = (\bar{x} - x_1)/s$	1,136	1,586
Otosvarianssi	$s_0^2 = \sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2$	0,011	0,004
Keskiarvo ilman kahta suurinta	$\bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=1}^{p-2} x_i$	2,921	2,919
Keskiarvo ilman kahta pienintä	$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=3}^{p} x_i$	2,929	2,925
Varianssi ilman kahta suurinta	$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2}(x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2$	0,002	0,002
Varianssi ilman kahta pienintä	$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^{p-2}(x_i - \bar{x}_{1,2})^2$	0,010	0,003
Statistiikka ilman kahta suurinta	$G_{p-1,p} = s_{p-1,p}^2/s_0^2$	0,865	0,722
Statistiikka ilman kahta pienintä	$G_{1,2} = s_{1,2}^2/s_0^2$	0,221	0,526

Laboratorioiden väliset		
Keskiarvo	$\bar{x} = \frac{1}{p}\sum_{i=1}^{p} x_i$	2,926
Keskihajonta	$s = \sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2}$	0,023
Vaihteluväli	$w = x_p - x_1$	0,110

Liite 12. Näyte 1 litteysluvun tulokset ja laskut

NÄYTE 1: LITTEYSLUKU SFS-EN 933-3

Lab			Fraktion massa/Välppäseulan läpäissyt massa							Summa	Litteysluku	
1	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	233	756	657	504	175	18	2	2345,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	7,4
	2331	(g)	24	50	43	44	11	1	0,1	173,1		
2	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	390,8	1227,9	1169,9	1218,7	402,4	39,6	6,1	4455,4	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	6,8
	4455,4	(g)	29	70,1	72,8	99,9	25,2	3	1,5	301,5		
3	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	61,2	265,2	282,7	336	108	1,5	8,8	1063,4	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6,3	6,3
	1073	(g)	8,8	13,1	20,2	21	3,6	0,4	0	67,1		
4	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	299,1	863,0	1015,4	935,2	256,6	19,0	3,3	3391,6	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	9	9,2
	-	(g)	35,3	76,3	107,5	74,0	17,9	2,0	0,2	313,2		
5	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	283,5	715,8	807,1	913,7	269,6	23,4	4,5	3017,6	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	7,5
	3058,1	(g)	14,4	56,0	58,7	75,2	18,2	2,2	0,6	225,3		
6	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	138,9	500,5	583,3	676	205,3	20,5	2,9	2127,4	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	7,5
	2139	(g)	3,9	31,6	52,8	54,6	13,5	2,1	0,4	158,9		
7	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	336,5	728,6	810,0	695,5	250,6	21,1	5,7	2848,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7,3	7,3
	2872	(g)	10,5	59,4	56,0	66,0	12,1	1,8	0,9	206,7		
8	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	144,4	460,5	582,1	541,1	181	12,2	3,1	1924,4	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6	6,4
	-	(g)	0	36,4	43,3	29,5	12,8	1,3	0,2	123,5		
9	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	302,6	631,2	739,8	712,0	212,6	27,8	2,7	2628,7	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	4,5	4,5
	2638	(g)	0	21,4	31,7	50,6	12,6	1,7	0,6	118,6		
10	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	564,8	1506	1574,4	1421,5	405,3	35,6	5,5	5513,1	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6	6,5
	5568	(g)	13,6	90	107	118,8	23,4	2,4	1,2	356,4		
11	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	140,7	437,5	610,2	547,4	202,2	19,9	1,7	1959,6	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	5,91	5,9
	-	(g)	6,5	20,8	47,1	29,9	11,1	0,2	0,3	115,9		
12	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	277,3	400	530,6	690,2	269,4	21,7	2,8	2192,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	7,0
	-	(g)	16,8	14,9	49,8	44,8	24,2	1,7	0,3	152,5		
13	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	93,9	599,6	578,7	525,8	182,0	13,3	3,0	1996,3	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6	5,6
	-	(g)	0,0	28,5	27,2	42,8	11,1	1,5	0,5	111,6		
14	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	197,7	613,3	790,6	748	222,3	18,4	2,8	2593,1	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	6,7
	2625,6	(g)	10,2	43,3	50,2	54,9	14,9	1,2	0,1	174,8		
15	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	237,1	632,3	653,7	587,3	211,6	15,9	3,1	2341,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7,45	7,5
	2360	(g)	11,7	54,0	51,1	41,2	14,7	1,9	0,6	175,2		
16	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	136	702	716	846	227	31	4	2662,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	7,4
	-	(g)	6	40	56	76	17	2	0	197,0		
17	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	107	343	379	332	104	11	3	1279,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	6,6
	-	(g)	0	32	17	17	18	0	0	84,0		
18	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	342,9	1201,9	1712,9	1748,3	510,2	50,5	9,2	5575,9	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7,1	7,1
	5608	(g)	28,2	72,9	121,3	131,5	37,7	4,2	1,1	396,9		
19	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	262,9	633,4	922,3	839,5	208,4	30,1	3,4	2900,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6,2	6,2
	-	(g)	6,3	34,4	53	75,5	6,8	2,8	0,6	179,4		
20	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	227,6	543,7	572	525,7	146,4	21	2,5	2038,9	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6,00	6,4
	2039	(g)	0	44	34,7	39,7	10,6	1,2	0,5	130,7		
21	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	202,6	521,1	746,4	846,2	206,3	15,2	11,8	2549,6	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7,91	7,9
	-	(g)	15,3	59,9	50,5	59,7	14,3	1,4	0,7	201,8		
22	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	209,1	805,5	897,8	853,7	190,4	7,8	1,1	2965,4	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7,3	7,3
	3007,1	(g)	0	67,1	54,3	78,8	15,1	0	0	215,3		

Laboratorioiden väliset		
Keskiarvo	$\bar{x} = \frac{1}{p}\sum_{i=1}^{p} x_i$	6,86
Keskihajonta	$s = \sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2}$	0,93
Vaihteluväli	$w = x_p - x_1$	4,7

Grubbsin testi		
Statistiikka suurimmalle	$G_p = (x_p - \bar{x})/s$	2,502
Statistiikka pienimmälle	$G_1 = (\bar{x} - x_1)/s$	2,531
Otosvarianssi	$s_0^2 = \sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2$	18,311
Keskiarvo ilman kahta suurinta	$\bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=1}^{p-2} x_i$	6,695
Keskiarvo ilman kahta pienintä	$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=3}^{p} x_i$	7,045
Varianssi ilman kahta suurinta	$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2}(x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2$	11,210
Varianssi ilman kahta pienintä	$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^{p}(x_i - \bar{x}_{1,2})^2$	10,470
Statistiikka ilman kahta suurinta	$G_{p-1,p} = s_{p-1,p}^2/s_0^2$	0,612
Statistiikka ilman kahta pienintä	$G_{1,2} = s_{1,2}^2/s_0^2$	0,572

Liite 13. Näyte 2 litteysluvun tulokset ja laskut

NÄYTE 2: LITTEYSLUKU SFS-EN 933-3

Lab			Fraktion massa/Välppäseulan läpäissyt massa							Summa	Litteysluku	
1	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	247	970	616	296	118	18	1,3	2266,3	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	7,4
	2279	(g)	21	76	33	26	9	2	0	167,0		
2	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	366,6	2334,8	1530,0	1072,6	499,5	105,8	11,7	5921,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	6,7
	5958	(g)	9,7	171,3	91,5	72,3	42,5	8,1	2,2	397,6		
3	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	58,1	313,7	298,5	240,5	107,1	18,6	2,9	1039,4	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7,10	7,1
	1049,9	(g)	5,6	18,8	26,9	14,1	5,6	2,4	0,2	73,6		
4	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	309,5	1304,1	1241,6	733,1	330,9	57,5	6,5	3983,2	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	7,1
	-	(g)	16,0	86,0	89,7	52,1	32,8	4,9	0,4	281,9		
5	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	227,3	1129,2	871,8	594,5	262,4	44,3	2,7	3132,2	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	8	8,1
	3169,0	(g)	14,1	70,5	64,4	73,6	28,2	3,2	0,4	254,4		
6	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	258,4	755,2	588,5	351,6	185,3	30,7	4,6	2174,3	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	6,8
	2199,8	(g)	6,5	60,6	37,6	21,6	17,6	2,9	0,5	147,3		
7	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	283,3	1015,3	746,6	477,1	247,5	51,8	3,8	2825,4	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7,4	7,4
	2852,6	(g)	29,0	71,0	48,3	32,3	24,0	4,8	0,3	209,7		
8	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	160,2	621,8	462,8	326,5	178,4	28,5	4,2	1782,4	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	5	4,9
	-	(g)	0	24,8	20,6	20,9	16,7	3,9	0,3	87,2		
9	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	241,2	1033,6	701,5	309,6	268,4	24,7	4,5	2583,5	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	4,4	4,4
	2595	(g)	31,6	29,2	28,2	12,8	11,5	1,0	0,2	114,5		
10	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	531,5	2293,1	1982,1	1221,8	592,1	143,1	13,0	6776,7	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	6,9
	6861	(g)	23,6	169,1	118,1	92,2	52	11,4	1	467,4		
11	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	132,9	718,5	603,1	392,9	200,8	48,7	5,4	2102,3	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7,66	7,7
	-	(g)	19,9	55,7	37,1	25,3	16,9	5,4	0,8	161,1		
12	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	216,5	631,7	474,1	277,3	130,5	17,5	0,0	1747,6	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	7,0
	-	(g)	4,6	52,5	31,6	22,3	10,7	0,8	0	122,5		
13	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	150,0	683,5	515,6	324,4	192,7	32,3	4,4	1902,9	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	5	5,5
	-	(g)	12,0	30,0	28,7	19,0	11,3	2,8	0,6	104,4		
14	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	172,7	968,0	832,3	607,3	282,9	49,4	4,6	2917,2	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6	5,8
	2963,7	(g)	21,5	56,1	40,0	23,0	24,6	5,0	0,3	170,5		
15	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	211,5	885,8	740,9	391,1	244,9	39,5	5,8	2519,5	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6,83	6,8
	2538	(g)	20,8	51,1	39,9	29,7	24,5	4,8	1,2	172,0		
16	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	107	578	389	242	132	25	3	1476,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	5	5,4
	-	(g)	12	24	13	19	9	3	0	80,0		
17	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	127	557	420	264	133	31	5	1537,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7	7,4
	-	(g)	11	49	25	17	9	2	0	113,0		
18	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	516	2045,6	1658,6	1016,3	455,6	84,8	8,2	5785,1	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6,7	6,7
	5819	(g)	69,4	107,4	106,4	62,5	37,1	5,3	0,5	388,6		
19	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	85,0	724,0	535,2	363,2	156,1	39,1	3,8	1906,4	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6,8	7,0
	-	(g)	15,8	40,2	40,1	23,7	8,4	4,1	0,4	132,7		
20	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	180,6	842,6	581,9	411,5	163	30,5	1,3	2211,4	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	6,00	6,0
	2039	(g)	11	42	31,5	31	14	1,8	0,5	131,8		
21	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	276,9	799,8	746,8	559,1	324,4	53,2	22,8	2783,0	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7,13	7,1
	-	(g)	16,10	44,00	58,10	50,40	23,80	4,10	1,90	198,4		
22	Massa	Fraktio	16/20	12,5/16	10/12,5	8/10	6,3/8	5/6,3	4/5	M_1	Ilmoitettu	Laskettu
	ennen	(g)	401,1	1263,1	859,0	398,0	65,8	7,3	0,6	2994,9	FI	$FI = (M_2/M_1) \cdot 100$
	seulontaa	Välppäseula	10	8	6,3	5	4	3,15	2,5	M_2	7,5	7,5
	3009,5	(g)	56,0	73,1	61,7	27,5	4,7	0,5	0,1	223,6		

Laboratorioiden väliset		
Keskiarvo	$\bar{x} = \frac{1}{p}\sum_{i=1}^{p} x_i$	6,66
Keskihajonta	$s = \sqrt{\frac{1}{p-1}\sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2}$	0,94
Vaihteluväli	$w = x_p - x_1$	3,7

Grubbsin testi		
Statistiikka suurimmalle	$G_p = (x_p - \bar{x})/s$	1,530
Statistiikka pienimmälle	$G_1 = (\bar{x} - x_1)/s$	2,398
Otosvarianssi	$s_0^2 = \sum_{i=1}^{p}(x_i - \bar{x})^2$	18,633
Keskiarvo ilman kahta suurinta	$\bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=1}^{p-2} x_i$	6,535
Keskiarvo ilman kahta pienintä	$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2}\sum_{i=3}^{p} x_i$	6,860
Varianssi ilman kahta suurinta	$s_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2}(x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2$	15,166
Varianssi ilman kahta pienintä	$s_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^{p-2}(x_i - \bar{x}_{1,2})^2$	9,628
Statistiikka ilman kahta suurinta	$G_{p-1,p} = s_{p-1,p}^2/s_0^2$	0,814
Statistiikka ilman kahta pienintä	$G_{1,2} = s_{1,2}^2/s_0^2$	0,517