

JERZY MARTYNIAK\*

## KRYTERIUM I METODA OCENY ZGODNOŚCI OZNACZONEJ I RZECZYWISTEJ JAKOŚCI PRODUKTU ZIARNISTEGO

### A CRITERION AND EVALUATING METHOD OF AGREEMENT FOR THE DETERMINED AND TRUE QUALITY OF PARTICULATE MATERIAL

Omówiono podstawowe pojęcia wiążące się z oceną zgodności między rzeczywistymi parametrami jakościowymi produktu ziarnistego a wynikami ich oznaczania. Biorąc pod uwagę, że dogodnym miernikiem tej zgodności są różnice między wynikami z równoległych procedur oznaczania właściwości produktu, za jej kryterium można uznać dopuszczalną różnicę między takimi wynikami, która nie powinna być przekroczona, jeżeli stosowana metoda badawcza zapewnia pożądaną zgodność wspomnianych wielkości. Przedstawiono zasady określania dopuszczalnych różnic między wynikami oznaczania parametrów równoległych próbek produktu w przypadku, gdy przedmiotem oceny osiągniętego poziomu zgodności jest wielowymiarowa lub wektorowa charakterystyka jakości, a stosowana procedura estymacyjna jest wielostadialna o zróżnicowanej liczbie stadiów dla rozmaitych właściwości. Jako podstawę wykorzystano zasady estymacji wielowymiarowej i wektorowej. Punktem wyjścia jest analiza i ocena odchyleń parametrów próbek uzyskiwanych w kolejnych etapach procedury estymacyjnej i końcowych wyników oznaczania. Następnie rozpatruje się narastanie odchyleń estymatorów względem estymowanych parametrów produktu w toku realizacji procedury estymacyjnej. Omówiono problem ustalenia tolerancji estymacyjnych i dostosowania do nich odchyleń powstających w poszczególnych stadiach procedury estymacyjnej. Podano wzory do wyznaczania dopuszczalnych różnic między wynikami oznaczania parametrów równoległych próbek. Wykazano, że różnice te, jako kryteria zgodności, są funkcjami wymaganych tolerancji estymacyjnych.

**Słowa kluczowe:** produkty ziarniste, parametry jakościowe, procedura estymacyjna, dokładność estymacyjna, powtarzalność wyników badań

In this paper there are said the significantest terms pertaining to the research into closeness of agreement between the true characteristics of particulate material lot and the analysis results correspond with them. A convenient information on this closeness is the difference between the independent replicate estimates representing the same product property. This difference indicates the precision level of the used estimation procedure that forms the goodness of approximation to the lot true values for determination results. Therefore, an adequately criterion of equality for the true and determined value of

---

\* GŁÓWNY INSTYTUT GÓRNICICTWA, 40-166 KATOWICE, PLAC GWARKÓW 1

a lot characteristic is the required difference limit for two replicate estimates. This limit is termed the permissible difference and is a measure of test reproducibility has been attained during the estimation procedure. If the difference between replicate estimates did not exceed such a limit, the used estimation procedure had been fitted precision then it is assumed that the estimation result and the true value of property of particulate product lot are equal. There are presented the essentials to shape and calculate the required difference limit. It is taken into consideration the circumstance that the circumscribe of product quality most frequently is multidimensional or multivectorial and the applied estimation procedure is a multistage with a various number of stages for diverse properties of product. The principles of the multidimensional and multivectorial estimation are the fundamental to advance and show the mathematical model of statistical closeness fits for every characteristic set. The point of departure to solve the considered problem is detecting and evaluating all the characteristic deviations arise from successive stages of estimation procedure. These deviations are the basis to be computed the cumulative deviations of estimates after every stage in relation to the true product quality parameters. In this purpose, it is necessary to employ the following formulas in which there are used symbols:

- $\Delta$  — the deviation or a part of estimate deviation,
- $P$  — the probability of deviation occurring for the estimate or all the estimates,
- $W$  — the number of determined properties in a particulate lot and lot particulate constituents,
- $s$  — the standard deviation in the sampling unit estimate population,
- $n$  — the number of sampling units which composing an estimate,
- $t$  — the score of normal distribution,
- $i$  — the ordinal number of property,
- $j$  — the ordinal number of particulate constituent in the lot,
- $w$  — the identifying symbol for the stage of analysis or measurement,
- $a$  — the identifying symbol for the stage of preparing the test sample,
- $l$  — the identifying symbol for the stage of preparing the retained partial sample to separate of it a test sample,
- $o$  — the identifying symbol for the stage of aggregating the gross sample of lot,
- $p$  — the identifying symbol for the increments as sampling units.

The formulas relating to partial deviations arise from successive stages of estimation procedure:

- the component of determination result deviation consequent on the stage of analysis or measurement

$$\Delta_{ij}(w) = \frac{t[P_{ij}(P, W)]s_{ij}(w)}{\sqrt{n_w}}$$

and

$$P_{ij} = W\sqrt{P}$$

- the component of determination result deviation consequent on the stage of preparing the test sample

$$\Delta_{ij}(a) = t[P_{ij}(P, W)]\sqrt{\frac{s_{ij}^2(a+w)}{n_{w+a}} - \frac{s_{ij}^2(w)}{n_w}}$$

- the component of determination result deviation consequent on the stage of preparing the retained partial sample of the gross sample when the numbers of  $n_{l+a+w}$  and  $n_{a+w}$  are equal to 1

$$\Delta_{ij}(l) = t[P_{ij}(P, W)]\sqrt{s_{ij}^2(l+a+w) - s_{ij}^2(a+w)}$$

- the component of determination result deviation consequent on the stage of random sampling from the lot

$$\Delta_{ij}(o) = t[P_{ij}(P, W)]\sqrt{\frac{s_{ij}^2(p+l+a+w) - s_{ij}^2(l+a+w)}{n_p}}$$

The formulas to express the deviations of estimates:

- the deviation of gross sample characteristic from the lot average value

$$(\Delta_{ij})_o = \Delta_{ij}(o)$$

- the deviation of retained partial sample characteristic from the lot average value

$$(\Delta_{ij})_l = t[P_{ij}(P, W)]\sqrt{s_{ij}^2(o) + s_{ij}^2(l)}$$

- the deviation of test sample characteristic from the lot average value

$$(\Delta_{ij})_a = t[P_{ij}(P, W)]\sqrt{s_{ij}^2(o) + s_{ij}^2(l) + s_{ij}^2(a)}$$

- the deviation of characteristic determination result from the lot average value

$$(\Delta_{ij})_w = t[P_{ij}(P, W)]\sqrt{s_{ij}^2(o) + s_{ij}^2(l) + s_{ij}^2(a) + s_{ij}^2(w)}$$

There is touches on the problem of establishing the estimation tolerances and checking of precision performed through the sampling, sample preparation and analysis. The estimation tolerance  $d$  is the basis to adjust the sampling plan and other procedure stages to obtain the desired precision. This tolerance is the limit which should not be exceeded by an estimate deviation  $\Delta$ ,  $\Delta \leq d$ .

The number  $n_p$  of increments taken from a lot when its constituents are not examined is the solution of equation:

$$\prod_i \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\frac{d_i(o)}{s_i(p)\sqrt{n_p}}}{\frac{d_i(o)}{s_i(p)\sqrt{n_p}}} e^{-\frac{1}{2}z^2} dz = P$$

The number  $(n_p)_j$  of partial increments represents the constituent of  $j$  in lot increments is the solution of equation:

$$\prod_{i(j)} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\frac{d_{ij}(o)}{s_{ij}(p)\sqrt{(n_p)_j}}}{\frac{d_{ij}(o)}{s_{ij}(p)\sqrt{(n_p)_j}}} e^{-\frac{1}{2}z^2} dz = P_j$$

As pointed out the permissible differences being immediately criteria of statistical approximation to the lot average characteristics for replicate determination results, are the functions of the demand estimation tolerances. The formulas to calculate these differences expressed symbolically as  $d_r$  are stated for the essential stages of estimation procedure.

The permissible difference  $d_r(ij)_a$  for two test samples prepared as parts of the same retained partial sample:

$$d_r(ij)_a = 2\sqrt{\frac{1}{4}d_r^2(ij)_w + d_{ij}^2(a)}$$

The permissible difference  $d_r(ij)_l$  for two retained partial samples prepared as parts of the same gross sample:

$$d_r(ij)_l = 2\sqrt{\frac{1}{4}d_r^2(ij)_a + d_{ij}^2(l)}$$

The permissible difference  $d_r(ij)_o$  for two gross samples represent the same particulate lot:

$$d_r(ij)_o = 2\sqrt{\frac{1}{4}d_r^2(ij)_l + d_{ij}^2(o)}$$

If the difference between determination results of  $ij$ th characteristic tested for two gross samples of the same lot, is not exceeded the permissible difference  $d_r(ij)_o$ , these results are agreed and in such a case there is desirable closeness of agreement between them and the true characteristic of lot.

**Key words:** particulate materials, quality parameters, estimation procedure, precision of estimation, reproducibility of test results

## 1. Wstęp

Informację o jakości czy technologicznej charakterystyce kopalin i ich pochodnych — w postaci produktów ziarnistych, uzyskuje się za pomocą odpowiednich badań. Źródłem informacji jest próbka reprezentująca określoną partię produktu. Jak wiadomo, informacja jest wiarygodna wówczas, gdy podobną informację o obiekcie badań dają co najmniej dwa niezależne od siebie źródła, a więc jest spełnione wymaganie o wzajemnym potwierdzaniu się branych pod uwagę informacji. W takim przypadku uznaje się, że istnieje pożądana zgodność wspomnianych informacji o stanie badanego obiektu, z jego stanem rzeczywistym.

Miernikiem zgodności informacji pochodzących z różnych próbek reprezentujących daną partię produktu ziarnistego, będących próbkami *równoległymi*, są różnice między wynikami oznaczania poszczególnych parametrów w tychże próbkach. Wielkości tych różnic w równoległych próbkach ogólnych przedstawiają *poziom powtarzalności* wyników badań.

W celu umożliwienia oceny, czy różnice między wynikami oznaczania świadczą o ich zgodności czy też o ich rozbieżności, trzeba sprecyzować *kryterium zgodności* porównywanych informacji. W tym celu wygodne są *dopuszczalne różnice* między wynikami oznaczania. Określa się je w nawiązaniu do *statystycznego przybliżenia*, którym wyniki te powinny się charakteryzować. W przypadku gdy charakterystyki oznaczanej jakości produktu ziarnistego są wielowymiarowe lub wektorowe, a takie są zawsze charakterystyki przerobcze surowych kopalin stałych, wymagania dotyczące statystycznego przybliżenia wyników oznaczania mogą być sprecyzowane i zweryfikowane pod warunkiem zastosowania metody *wielowymiarowo-wektorowej estymacji* tychże charakterystyk, przedstawionej w pracach autora (1994a, 1994b, 1994c, 1997). Wymagania te dotyczą:

- po pierwsze, granicznego, minimalnego *poziomu ufności* (prawdopodobieństwa), że estymowane parametry jakościowe znajdują się *dostatecznie blisko* swoich *estymatorów*,
- po drugie, liczbowego określenia *dostatecznej bliskości* estymatorów i estymowanych przez nie parametrów — za pomocą maksymalnych różnic między nimi.

Różnice te precyzuje się, jako *tolerancje estymacyjne*. Dopiero one są podstawą wyznaczania dopuszczalnych różnic między wynikami oznaczania, przedstawiającymi parametry równoległych próbek z tego samego produktu.

Estymacja rozmaitych parametrów charakteryzujących partię produktu ziarnistego częstokroć przebiega według różniących się między sobą procedur, które nie są równoważne pod względem warunków wpływających na dokładność wyników oznaczania. Z tego punktu widzenia istotne jest na przykład, czy próbka ogólna reprezentująca partię produktu jest jego ilością, z której wydzielona została dalsza próbka (np. laboratoryjna), z tej zaś kolejną, i ile takich etapów (stadiów) występuje w drodze do wykonania końcowej analizy laboratoryjnej, dającej wynik oznaczania.

Na ogół typowe są wielostadialne procedury estymacyjne, w których najczęściej występują następujące główne etapy:

Etap estymacji	Symbol identyfikacyjny
pobieranie próbki ogólnej	<i>o</i>
wydzielanie próbki laboratoryjnej	<i>l</i>
wydzielanie próbki analitycznej	<i>a</i>
wykonanie odpowiedniej analizy laboratoryjnej dającej wynik oznaczania	<i>w</i>

W każdym z nich powstają nieuniknione odchylenia powiększające różnice między estymowanymi parametrami partii produktu a parametrami reprezentujących ją jego ilości — w postaci próbek, rozważane przez autora w poprzednich publikacjach (1987, 1994a i 1994b). Procedury dla odmiennych właściwości produktu mogą być zróżnicowane pod względem liczby potrzebnych stadiów estymacji. Dlatego też, ustalając dopuszczalne różnice między wynikami oznaczania dla dwóch próbek ogólnych, reprezentujących tę samą partię produktu, trzeba wziąć pod uwagę wszystkie, wchodzące w skład danej procedury estymacyjnej etapy narastania *niepożądanych odchyleń*. W przypadku stwierdzenia, że dopuszczalne różnice zostały przekroczone, konieczna jest kontrola, w którym stadium mają miejsce zbyt duże niedokładności, w celu ich ograniczenia do wymaganego poziomu.

## 2. Analityczna postać statystycznego przybliżenia estymowanych charakterystyk jakości dla próbek oraz wyników oznaczania

### 2.1. Zasada ilościowego opisu statystycznych przybliżeń

Statystyczne przybliżenia przedstawia się za pomocą informacji składającej się z dwóch części. Pierwsza z nich podaje *prawdopodobieństwo*, którym cechują się możliwe do zrealizowania się *przypadkowe odchylenia estymatorów*, to jest oznaczonych parametrów od ich *wartości oczekiwanych*, którymi są parametry estymowane, druga zaś precyzuje liczbowe wartości tych odchyleń. Różne aspekty tego zagadnienia omawiają:

Fisz (1967), Pawłowski (1972, 1981), Hellwig (1987), Bobrowski (1980), Deutsh (1969), Zasepa (1972), Steczkowski (1988), Martyniak (1992, 1994a, 1994b).

Konkretne dane liczbowe, wyrażające ilościowo *poziom statystycznego przybliżenia* osiągnięty w poszczególnych etapach estymacyjnych, są funkcją zarówno *statystycznych parametrów drugiego rzędu*, którymi charakteryzują się poszczególne populacje *jednostek losowania*, jak też — *liczby przypadkowych jednostek z populacji*, których właściwości są elementami składającymi się na wartość średnią, estymującą badany parametr produktu.

Należy zwrócić uwagę, że *poziom statystycznego przybliżenia* parametrów obserwowanych w jakimś stadium estymacyjnym, informuje o poziomie ich *reprezentatywności* względem parametrów charakteryzujących w rzeczywistości badaną partię produktu, przy założeniu, że *odchylenia systematyczne* są pomijalne lub nie występują.

## 2.2. Analityczna postać statystycznego przybliżenia wielowymiarowej charakterystyki parametrowej

Matematyczny model statystycznego przybliżenia wyników oznaczania reprezentujących właściwości partii produktu ziarnistego

Objaśnienia symboli:

- $P$  — prawdopodobieństwo wystąpienia odchylenia wyników oznaczania od rzeczywistych parametrów cechujących partię produktu, które są przedmiotem estymacji,
- $\Delta$  — prawdopodobne przypadkowe odchylenie wyniku oznaczania lub parametru charakteryzującego próbkę produktu od rzeczywistego, estymowanego parametru partii produktu,
- $L$  — liczba estymowanych parametrów w wielowymiarowej charakterystyce jakości partii produktu ziarnistego lub jej ziarnowego komponentu,
- $i$  — liczba porządkowa właściwości produktu, której dotyczy estymowany parametr oraz estymujący go wynik oznaczania lub parametr próbki,
- $K$  — liczba etapów (stadiów) estymacyjnych występujących w procedurze oznaczania  $i$ -tego parametru należącego do danej charakterystyki jakościowej,
- $k$  — liczba porządkowa etapu estymacyjnego  $1 \leq k \leq K$ ,
- $n$  — liczba jednostek losowania reprezentujących ich badaną populację,
- $t$  — współczynnik ufności z rozkładu normalnego odpowiadający konkretnemu prawdopodobieństwu,
- $s$  — odchylenie standardowe charakteryzujące populację danych elementów.

Zgodnie z zasadami estymacji wielowymiarowej (Fisz 1967; Deutsh 1969; Martyniak 1994a, 1994b), statystyczne przybliżenie wyników oznaczania, które zostały uzyskane po ostatnim, to jest  $K$ -tym etapie procedury, a więc ogólnie charakteryzujące całą tę procedurę, jest dane prawdopodobieństwem  $P$  i wektorem prawdopodobnych odchylenia przypadkowych  $[\dots(\Delta_i)_K\dots]$ . Odchylenia  $\Delta_K$  wyników oznaczania są wypad-

kowymi odchylen [ ... $\Delta(k)$ ... ], powstających w poszczególnych etapach wielostadialnej procedury estymacyjnej.

Dla wyniku oznaczania  $i$ -tego parametru, odchylenie  $(\Delta_i)_K$  jest równe

$$(\Delta_i)_K = \sqrt{\sum_1^K \Delta_i^2(k)}$$

przy czym symbol etapu podany w nawiasie za symbolem odchylenia oznacza, że odchylenie to jest rezultatem realizacji tego etapu.

Oczywiście analogiczny wzór ma zastosowanie nie tylko po ostatnim  $K$ -tym etapie, lecz po każdym etapie procedury, i o tym, którego etapu dotyczy wzór, informuje indeks dolny za nawiasem.

Odchylenia  $\Delta_i(k)$  powstające w  $k$ -tym stadium estymacyjnym, interpretuje się jako połowy długości  $p_i(k)$  przedziałów ufności, równych

$$p_i(k) = 2 \frac{t[P_i = f(P, L)]s_i(k)}{\sqrt{n_k}}$$

a zatem

$$\Delta_i(k) = \frac{1}{2} p_i(k) = \frac{t[P_i = f(P, L)]s_i(k)}{\sqrt{n_k}}$$

Zgodnie z zasadą równości estymacyjnych prawdopodobieństw, dla każdego oznaczanego parametru estymacyjne prawdopodobieństwo  $P_i$  jest dane funkcją liczby  $L$ , przy znanym prawdopodobieństwie  $P$ , którego interpretacja jest podana powyżej w objaśnieniu:

$$P_i = f(P, L) = P^{L^{-1}}$$

Wprowadzenie kryteriów powtarzalności wyników oznaczania oraz dokonywanie ocen procedury estymacyjnej wymaga znajomości losowych odchylen związanych z kolejnymi stadiami postępowania estymacyjnego. Wyznaczanie tych odchylen rozpoczyna się od ostatniego stadium, to jest — od analizy laboratoryjnej (dla której przyjęto symbol identyfikacyjny  $w$ ), a następnie określa się je dla coraz wcześniejszych stadiów, aż do pobierania próbki ogólnej (Martyniak 1987, 1994a).

Składowa odchylenia wyniku oznaczania wiążąca się z wykonaniem analizy laboratoryjnej

Na potrzeby wynikające z analizy powtarzalności wyników oznaczania wystarczające jest określenie analizy laboratoryjnej — jako czynności prowadzących do wykonania pomiaru w materiale z próbki badanego produktu. Próbka, z której pochodzi materiał do wykonania analizy laboratoryjnej nazywa się próbką analityczną. Do analizy laboratoryjnej może być brana część lub całość próbki analitycznej.

W przypadku pierwszym część próbki (naważka) reprezentuje próbkę analityczną. Z poszczególnych naważek otrzymuje się wyniki nieco różniące się wzajemnie. Powstające w tym stadium odchylenie  $\Delta_i(w)$ , które jest składnikiem całkowitego odchylenia  $(\Delta_i)_w$  wyniku oznaczania, wynosi

$$\Delta_i(w) = \frac{t(\sqrt[l]{P})s_i(w)}{\sqrt{n_w}}$$

przy czym:

- $s_i(w)$  — odchylenie standardowe populacji wyników oznaczania otrzymanych z populacji naważek pobranych z próbki analitycznej,
- $n_w$  — liczba poddanych analizie naważek, z których wyniki oznaczania dają średni wynik, uznany za parametr próbki analitycznej.

W przypadku drugim, gdy cała ilość próbki analitycznej jest przedmiotem czynności analitycznych

$$\Delta_i(w) = 0$$

Składowa odchylenia wyniku oznaczania wynikająca z przygotowania próbki analitycznej

Odchylenia  $\Delta_i(a)$ , których źródłem jest stadium przygotowania próbki analitycznej (symbol identyfikacyjny  $a$ ), określa się wyznaczając odchylenie  $\Delta_i(a+w)$  z populacji wyników oznaczania, odpowiadających populacji próbek analitycznych, które pochodzą z tej samej próbki laboratoryjnej lub ogólnej, przy znanym odchyleniu  $\Delta_i(w)$  powstającym podczas analizy laboratoryjnej, a następnie stosując wzór:

$$\Delta_i(a) = \sqrt{\Delta_i^2(a+w) - \Delta_i^2(w)} \equiv \sqrt{\frac{t^2(\sqrt[l]{P})s_i^2(a+w)}{n_{a+w}=1} - \frac{t^2(\sqrt[l]{P})s_i^2(w)}{n_w}}$$

Populacja wyników oznaczania odpowiadających populacji próbek analitycznych charakteryzuje się odchyleniem standardowym  $s_i(a+w)$ , a jeżeli źródłem informacji jest tylko jedna próbka analityczna, jak na ogół jest to praktykowane, wówczas  $n_{a+w} = 1$ .

Składowa odchylenia wyniku oznaczania spowodowana wydzieleniem próbki laboratoryjnej

Wydzielenie próbki laboratoryjnej (symbol identyfikacyjny  $l$ ) z próbki ogólnej jest przyczyną powiększenia się odchylenia jej parametrów w porównaniu z odchyleniami analogicznych parametrów od parametrów estymowanych, obserwowanymi w próbce ogólnej. Chcąc przedstawić rozpatrywany składnik  $\Delta_i(l)$  całkowitego odchylenia wyniku oznaczania, który reprezentuje estymowany parametr partii produktu ziarnistego, jako odchylenie właściwe tylko dla etapu przygotowania próbki laboratoryjnej, korzysta



się z odchylenia  $\Delta_i(l+a+w)$  wykazywanego w populacji wyników reprezentujących parametry próbek laboratoryjnych, pochodzących z tej samej próbki ogólnej i z odchylenia  $\Delta_i(a+w)$ , które obejmuje następne stadia procedury, to jest przygotowanie próbki analitycznej oraz wykonanie analizy laboratoryjnej:

$$\Delta_i(l) = \sqrt{\Delta_i^2(l+a+w) - \Delta_i^2(a+w)} = t(\sqrt[l]{P}) \sqrt{\frac{s_i^2(l+a+w)}{n_{l+a+w}} - s_i^2(a+w)} = t(\sqrt[l]{P}) s_i(l)$$

Powyższa zależność występuje, gdy źródłem informacji jest pojedyncza próbka laboratoryjna i pojedyncza próbka analityczna.

W szeregu przypadkach procedura estymacyjna może obejmować pomiędzy próbką ogólną a próbką analityczną więcej pośrednich stadiów redukcji wielkości próbki. Mogą one być identyfikowane za pomocą symboli  $l_1, l_2$  itd. Odpowiadające tym stadiom składowe odchylenia obciążających końcowy wynik oznaczania przedstawia się analogicznie do składowej odchylenia, która występuje w przypadku tylko jednego stadium przygotowania próbki laboratoryjnej.

Składowa odchylenia obciążającego wynik oznaczania powstająca na skutek fragmentarycznego charakteru próbki ogólnej względem partii produktu

Próbka ogólna reprezentująca partię produktu ziarnistego (symbol identyfikacyjny etapu pobierania próbki ogólnej  $o$ ) ma parametry losowo odchylające się od parametrów charakteryzujących tę partię. Wielkość tego odchylenia  $\Delta_i(o)$  można wyrazić za pomocą różnicy pomiędzy rozrzutem wyników oznaczania z populacji próbek ogólnych, którego miernikiem jest odchylenie  $\Delta_i(o+l+a+w)$ , a rozrzutem wyników oznaczania, występującym w przypadku uwzględnienia wszystkich dalszych stadiów estymacyjnych, który w rozważanym wariancie tejże procedury jest określony odchyleniem  $\Delta_i(l+a+w)$

$$\begin{aligned} \Delta_i(o) &= \sqrt{\Delta_i^2(o+l+a+w) - \Delta_i^2(l+a+w)} = \\ &= t(\sqrt[l]{P}) \sqrt{\frac{s_i^2(o+l+a+w)}{n_{o+l+a+w}} - s_i^2(l+a+w)} = t(\sqrt[l]{P}) s_i(o) \end{aligned}$$

gdy informacja o partii produktu pochodzi tylko z jednej próbki ogólnej, jednej próbki laboratoryjnej i jednej próbki analitycznej.

Etap pobierania próbki ogólnej jest najtrudniejszy, ponieważ

- po pierwsze, nabyte w nim odchylenia są największe w porównaniu z odchyleniami dodającymi się w pozostałych etapach postępowania realizowanego w celu uzyskania wyniku oznaczania, reprezentującego parametr partii produktu ziarnistego,
- po drugie, dużym problemem jest wyznaczenie odchylen standardowych dla populacji wyników oznaczania, odpowiadających populacji próbek ogólnych, które pochodzą z jednej i tej samej partii produktu lub surowca mineralnego.

W praktyce nie jest realne uzyskanie odpowiedniej zbiorowości takich próbek, aby dla każdej z nich otrzymać wyniki oznaczania, przedstawiające jej badane parametry. Jednakże istnieje możliwy do zrealizowania w praktyce sposób pośredniego oszacowania wspomnianych odchyłeń standardowych.

Oszacowanie odchyłeń standardowych dla parametrów intensywności rozmaitych cech produktu w populacji pochodzących z niego próbek ogólnych

Próbka ogólna składa się z próbek pierwotnych, których liczbę oznacza się symbolem  $n_p$ . Okoliczność ta pozwala na pośrednie oszacowanie odchyłeń standardowych w populacji wyników oznaczania, przedstawiających parametry analizowanej cechy mierzalnej w zbiorowości próbek ogólnych. W tym celu korzysta się z następującego podstawowego twierdzenia statystyki matematycznej, którego dowód i zastosowanie przedstawiono w literaturze specjalistycznej (Fisz 1967; Pawłowski 1981; Hellwig 1987): „populacja średnich arytmetycznych, każdorazowo obliczonych z liczby  $N$  elementów wskazanych losowo (przypadkowych) z tej samej ich zbiorowości, ma odchylenie standardowe  $S$  — równe stosunkowi odchylenia standardowego  $s$  występującego w populacji tychże elementów do pierwiastka kwadratowego z liczby  $N$  elementów dających obliczone średnie arytmetyczne”:

$$S = \frac{s}{\sqrt{N}}$$

Znając zatem odchylenie standardowe wyników oznaczania dla populacji próbek pierwotnych produktu ziarnistego, i zapewniając *losowość* ich pobierania, można oszacować, jakim odchyleniem standardowym charakteryzuje się populacja wyników oznaczania, odpowiadających próbkom ogólnym, liczącym po  $n_p$  próbek pierwotnych.

W przypadku oznaczania parametrów jakościowych próbek pierwotnych ma miejsce analogiczny proces narastania niedokładności estymacyjnych jak poprzednio omówiony dla próbek ogólnych. Wobec tego należy mieć na uwadze, że odchylenie standardowe  $s_i(p+l+a+w)$  wyników oznaczania, przyporządkowanych poszczególnym próbkom pierwotnym, nie jest równoznaczne z odchyleniem standardowym  $s_i(p)$  charakteryzującym rozrzut rzeczywistych parametrów tych próbek.

Odchylenie  $\Delta_i(p)$  parametru  $i$ -tej własności, istniejące pomiędzy próbką pierwotną i partią produktu, może być określone następująco:

$$\begin{aligned} \Delta_i(p) &= \sqrt{\Delta_i^2(p+l+a+w) - \Delta_i^2(l+a+w)} = \\ &= t(\sqrt[4]{P}) \sqrt{s_i^2(p+l+a+w) - s_i^2(l+a+w)} = t(\sqrt[4]{P}) s_i(p) \end{aligned}$$

zatem

$$s_i(p) = \sqrt{s_i^2(p+l+a+w) - s_i^2(l+a+w)}$$

Gdy próbka ogólna składa się z  $n_p$  losowych próbek pierwotnych, odchylenie standardowe  $s_i(o)$  parametrów populacji, której elementami są takie próbki ogólne, oszacowuje się za pomocą wzoru:

$$s_i(o) = \frac{s_i(P)}{\sqrt{n_p}}$$

Na tej podstawie odchylenie  $\Delta_i(o)$  występujące między parametrem próbki ogólnej i estymowanym, rzeczywistym parametrem partii produktu oblicza się z przybliżonego wzoru:

$$\Delta_i(o) = t(\sqrt[4]{P})s_i(o) \cong t(\sqrt[4]{P}) \frac{s_i(P)}{\sqrt{n_p}}$$

Scharakteryzowanie statystycznego przybliżenia parametrów dla próbki ogólnej

Składowe wypadkowe statystycznego przybliżenia wyniku oznaczania, reprezentującego estymowany parametr partii produktu, służą do przedstawienia przypadkowych odchyłeń oraz do analizy procesu ich narastania w miarę realizacji procedury estymacyjnej.

W przypadku wielowymiarowych charakterystyk jakości produktu ziarnistego statystyczne przybliżenie, którym charakteryzują się parametry próbki ogólnej, jest składową przybliżenia wyniku oznaczania, analizowaną po pierwszym etapie estymacyjnym. Określa się je prawdopodobieństwem (poziomem ufności)  $P$  i wektorem prawdopodobnych odchyłeń  $[(\Delta_i)_o \dots]$  parametrów próbki ogólnej od parametrów partii badanego produktu. Oczywiście, dla pierwszego etapu w procedurze estymacyjnej odchylenia nabyte w *pierwszym etapie* równocześnie są odchyleniami uzyskanymi po pierwszym etapie:

$$(\Delta_i)_o = \Delta_i(o) \text{ oraz } (s_i)_o = s_i(o)$$

Scharakteryzowanie statystycznego przybliżenia parametrów dla próbki laboratoryjnej

W próbce laboratoryjnej sumują się niedokładności charakterystyczne dla poziomu reprezentatywności próbki ogólnej z niedokładnościami wynikającymi z faktu, że próbka laboratoryjna jest częścią próbki ogólnej i z tego względu nie może idealnie odzwierciedlać jej parametrów jakościowych. Miernikiem statystycznego przybliżenia parametrów próbki laboratoryjnej do parametrów partii produktu ziarnistego jest poziom ufności  $P$  oraz wektor prawdopodobnych odchyłeń  $[(\Delta_i)_l \dots]$  między porównywanymi parametrami:

$$(\Delta_i)_l = t[P(L)](s_i)_l = t[P(L)]\sqrt{s_i^2(o) + s_i^2(l)}$$

## Scharakteryzowanie statystycznego przybliżenia parametrów dla próbki analitycznej

Jeżeli próbka analityczna jest próbką przygotowaną z próbki laboratoryjnej, jej parametry są obciążone oprócz odchyłeń, które powstają w tym stadium, odchyleniami nabytymi w poprzednich etapach procedury estymacyjnej:

$$(\Delta_i)_a = t[P(L)](s_i)_a = t[P(L)]\sqrt{s_i^2(o) + s_i^2(l) + s_i^2(a)}$$

Podobnie jak poprzednio, miernikiem statystycznego przybliżenia parametrów próbki analitycznej do parametrów partii produktu ziarnistego jest poziom ufności  $P$  i wektor prawdopodobnych odchyłeń [... $(\Delta_i)_a$ ...], odzwierciedlających stopień rozbieżności występujący pomiędzy wspomnianymi parametrami.

### 2.3. Analityczna postać statystycznego przybliżenia wektorowej charakterystyki parametrowej

Matematyczny model statystycznego przybliżenia wyników oznaczania reprezentujących parametry komponentów (składników) partii produktu ziarnistego

Badanie produktów ziarnistych, polegające na pobraniu próbki ogólnej, rozdzieleniu jej na główne komponenty ziarnowe (pierwszego rzędu), ewentualnym rozdzieleniu komponentów pierwszego rzędu na komponenty drugiego rzędu i na oznaczeniu parametrów jakościowych w tychże komponentach, jest badaniem, w rezultacie którego dla poszczególnych komponentów otrzymuje się zestawienia oznaczonych parametrów. Każde takie zestawienie zawiera co najmniej jeden parametr, który określa jakość wskazanego komponentu występującego w produkcji. Zgodnie z zasadami estymacji wektorowej (Martyniak 1994a, 1994b), parametry znajdujące się w poszczególnych zestawieniach, informujące o właściwościach komponentów produktu ziarnistego, interpretuje się jako wektory losowe, które wykazują konkretne statystyczne przybliżenie do estymowanych parametrów tychże komponentów. Przybliżenie to jest dane prawdopodobieństwem  $P$  i przyporządkowanymi temu prawdopodobieństwu odchyleniami  $(\Delta_{ij})_K$  dotyczącymi całej procedury estymacyjnej, to jest wykazywanymi po jej ostatnim stadium, które daje wynik oznaczania zamieszczany w odpowiednim zestawieniu. Liczby porządkowe poszczególnych parametrów oraz odpowiadających im odchyłeń są identyczne, w związku z tym wektorowe zestawienie odchyłeń dla poszczególnych parametrów jest analogiczne do ich wektorowego zestawienia. Uporządkowanie komponentów, których liczba jest równa  $M$ , podaje się za pomocą liczby porządkowej  $j$  ( $1 \leq j \leq M$ ). Wektor odchyłeń obciążających wyniki oznaczania parametrów komponentu ziarnowego jest wyrażony symbolem [... $(\Delta_{ij})_K$ ...].

Koncepcja określenia kryteriów dla statystycznych przybliżeń poszczególnych wyników oznaczania lub parametrów próbek, które należą do jakościowej (technolo-

gicznej) charakterystyki produktu, jako kryteriów cząstkowych wynikających z przyjętego dla niej kryterium ogólnego, opiera się na założeniu, że w każdym stadium estymacyjnym przybliżenie statystyczne każdego estymowanego parametru, niezależnie od badanego komponentu — wiąże się z tym samym prawdopodobieństwem. W przypadku  $i$ -tej właściwości  $j$ -tego komponentu, prawdopodobieństwo to  $P_{ij}$  zależy od liczby  $W$  wszystkich oznaczanych właściwości w produkcie i jego komponentach. Jest ona sumą  $L_j$  właściwości składowych z  $M$  wektorów:

$$W = \sum_1^M L_j$$

Wprowadzając założenie, że w danym stadium estymacyjnym, poszczególne parametry charakteryzujące produkt są wzajemnie od siebie niezależne, probabilistyczną składową statystycznego przybliżenia każdego z nich określa się wzorem:

$$P_{ij} = P^{W^{-1}}$$

Powyższa zasada ujednolica określenie prawdopodobieństwa losowego odchylenia każdego parametru z charakterystyki jakościowej, analizowanego oddzielnie. Jednakże jej zastosowanie, gdy komponenty produktu są charakteryzowane różnymi liczbami parametrów jakościowych, prowadzi do zróżnicowania prawdopodobieństw  $P_j$  dla odpowiadających tym komponentom wektorów odchyień [...( $\Delta_{ij}$ ) $_k$ ...]

$$P_j = P^{L_j W^{-1}}$$

Jak z tego wynika, podstawą analizy statystycznego przybliżenia wektorowej jakościowej charakterystyki produktu jest ustalenie ogólnego (łącznego) prawdopodobieństwa  $P$  równoczesnego zrealizowania się konkretnych odchyień przypadkowo zniekształcających wyniki oznaczania, które reprezentują estymowane parametry produktu i jego komponentów. Dopiero to prawdopodobieństwo i liczba parametrów występujących w oznaczanej jego charakterystyce są punktem wyjścia do wyznaczenia prawdopodobieństw składowych, dotyczących wystąpienia danych odchyień między wynikiem oznaczania czy parametrem próbki a estymowanym parametrem partii produktu. Wektory prawdopodobnych odchyień określa się znając odpowiadające im prawdopodobieństwa składowe oraz wektory odchyień standardowych. W razie potrzeby, dla poszczególnych wektorów prawdopodobnych odchyień wyznacza się składowe probabilistyczne.

Podstawową regułą zapewniającą porównywalność informacji przedstawiającej statystyczne przybliżenie wyniku oznaczania lub parametru próbki do parametru partii produktu jest używanie stałego prawdopodobieństwa ogólnego, kształtującego poszczególne prawdopodobieństwa składowe. Wówczas odchylenia prawdopodobne służą do jednoznacznego porównywania i oceny analizowanych przybliżeń statystycznych.

Składowe odchylen wyników oznaczania dla poszczególnych stadiów procedury estymacyjnej oraz statystyczne przybliżenia parametrów po kolejnych etapach estymacyjnych do parametrów badanej partii produktu

Zasady wyznaczania przypadkowych odchylen powstających podczas kolejnych etapów procedury estymacyjnej wektorowych charakterystyk produktu są identyczne jak poprzednio przedstawione zasady dotyczące wielowymiarowych charakterystyk jakości produktu.

Odchylenia  $\Delta_{ij}(k)$  i  $(\Delta_{ij})_k$  są funkcjami prawdopodobieństwa  $P(W)$ , odchylen standardowych  $s_{ij}(k)$  oraz liczby źródeł informacji  $n_k$ . Funkcje te są analogiczne do funkcji podanych dla wielowymiarowych charakterystyk jakościowych. Ich uogólnienie polega na dodaniu indeksu  $j$  obok indeksu  $i$ .

### 3. Problem ustalenia tolerancji estymacyjnych

#### 3.1. Precyzja estymacyjna a tolerancja estymacyjna

Informacja o *statystycznym przybliżeniu estymatora*, to znaczy o wartości liczbowej, która estymuje estymowaną, mierzalną liczbowo cechę produktu, składa się z części przedstawiającej prawdopodobieństwo i z części podającej liczbowo wielkość prawdopodobnego przypadkowego odchylenia istniejącego między wartościami liczbowymi estymującą a estymowaną. Odchylenie to jest nazywane *precyzją estymacyjną* (Fisz 1967; Deutsh 1969; Martyniak, Wycisk 1997).

Ilościową miarą precyzji estymacyjnej jest *obszar ufności* otaczający zrealizowane wartości liczbowe estymatorów, będący wielowymiarowym prostopadłością, a jej probabilistycznym miernikiem jest *poziom ufności*, dany większym od zera prawdopodobieństwem, że szacowane parametry produktu znajdują się wewnątrz tego obszaru (Fisz 1967; Pawłowski 1981). W przypadku pojedynczej właściwości obszar ten redukuje się do *przedziału ufności* danego wzorem:

$$p_{ij}(k) = 2 \frac{t(P_{ij})s_{ij}(k)}{\sqrt{n_k}}$$

Jeżeli estymator jest wieloelementowy, jest on wartością średnią, uzyskaną z  $n$  elementów populacji generalnej. W takim przypadku wspomniany wzór jest słuszny tylko wówczas, gdy wybór elementów z populacji był przypadkowy. Gdy badania nie potwierdzają występowania tej zależności, świadczy to o braku losowości w doborze elementów estymatora (Martyniak 1992).

Tolerancja estymacyjna jest wymaganiem, które określa największe dopuszczalne odchylenie estymatora. Jeżeli zakłada się, że dotyczy to odchylenia przypadkowego, jest ona najmniejszą dopuszczalną precyzją estymacyjną. Gdy więc precyzję estyma-

cyjną wyraża się za pomocą długości półprzedziału ufności, który przedstawia prawdopodobne odchylenie  $\Delta$ , a więc  $\Delta = p/2$ , przyjęcie tolerancji  $\pm d$ , oznacza, że

$$\Delta \leq |\pm d|$$

W ten sposób nakłada się warunek, że odchylenie estymatora od estymowanego parametru nie powinno przekraczać granicy określonej ustaloną tolerancją, którą można również nazwać *odchyleniem dopuszczalnym*.

Tolerancja estymacyjna jest zawsze przyporządkowana konkretnemu poziomowi ufności, nazywanemu też *prawdopodobieństwem estymacyjnym*.

### 3.2. Systemy tolerancji estymacyjnych

Wielowymiarowe i wielowymiarowo-wektorowe charakterystyki technologiczne lub jakościowe produktów ziarnistych są przykładami informacji o nich, złożonej z wielu danych składowych, które razem stanowią jedną całość.

Wielowymiarowa charakterystyka jakości produktu lub jego komponentu jest dana wektorem wartości liczbowych, które obrazują występującą w nim intensywność branych pod uwagę cech jakościowych. Wektor ten, a zatem i wchodzące w jego skład dane — są całością estymacyjną. Dla wektora danych liczbowych przyjmuje się zatem wektor tolerancji estymacyjnych zawierający dopuszczalne odchylenia estymatorów od parametrów estymowanych.

Istnieją różne sposoby wyznaczania tolerancji estymacyjnych, ponieważ można przyjąć za podstawę odmienne systemy ich tworzenia (Steczkowski 1988, Martyniak 1994a).

#### Sposób indywidualnego wyznaczania tolerancji estymacyjnych

W przypadku zastosowania sposobu indywidualnego wyznaczania tolerancji estymacyjnych dla poszczególnych estymatorów, nie stosuje się jakiegś wspólnej dla wszystkich tolerancji zasady ich określania, nawiązującej do statystycznych parametrów populacji generalnej jednostek losowania. W szczególnym przypadku można na przykład przyjąć jednakowe — co do bezwzględnej wartości — tolerancje dla wszystkich estymatorów oznaczanych parametrów.

#### Sposób wyznaczania tolerancji estymacyjnych proporcjonalnych do estymowanych parametrów

Rozważany sposób polega na określeniu tolerancji dla poszczególnych estymatorów jako liniowych funkcji estymowanych parametrów. W tym celu trzeba dysponować danymi liczbowymi, które spełniają założenie, że dostatecznie dokładnie informują o estymowanych parametrach.

Sposób ten odpowiada aktualnie istniejącej tendencji do racjonalizacji badań kontrolnych, polegającej na uzależnieniu dopuszczalnych odchyień dla estymatorów oznaczanych parametrów od ich wartości liczbowych.

Sposób wyznaczania tolerancji estymacyjnych proporcjonalnych do odchyłeń standardowych wykazywanych przez jednostki losowania ze względu na estymowane parametry

Oprócz poprzednio omówionych sposobów wyznaczania tolerancji estymacyjnych, może jeszcze być brany pod uwagę sposób ich wyznaczania jako wielkości proporcjonalnych do odchyłeń standardowych w badanych zbiorowościach statystycznych jednostek. W rezultacie, tolerancje przyporządkowane poszczególnym estymatorom są liniowymi funkcjami odpowiednich odchyłeń standardowych w produkcji ziarnistym, interpretowanym jako populacja jednostek statystycznych. Aby sposób ten mógł być zastosowany, należy dysponować przybliżonymi danymi informującymi o odchyleniach standardowych w zakresie oznaczanych parametrów jakościowych.

System takich tolerancji jest szczególnie przydatny w przypadku wielowymiarowo-wektorowej estymacji technologicznych i jakościowych charakterystyk produktów ziarnistych, gdyż znacznie upraszcza obliczenia liczebności jednostek reprezentujących ich populację, niezbędnej aby zapewnić zachowanie wymaganej precyzji estymacyjnej próbek i otrzymanych z laboratorium zestawień wyników oznaczania rozmaitych właściwości badanego produktu (Martyniak 1994a).

### 3.3. Zależność wartości liczbowych tolerancji estymacyjnych od wskaźników ekonomicznych

Konsekwencją wprowadzonych tolerancji estymacyjnych jest wymóg uzyskania parametrycznych estymatorów, których precyzja nie jest mniejsza niż dopuszczalna — według wartości liczbowych tychże tolerancji. Estymatory spełniające wymagania dotyczące ich precyzji mogą być otrzymane przy wykorzystaniu jednej z dwóch lub równocześnie obu dróg postępowania. Podstawą wyboru sposobu osiągnięcia tego celu jest fakt, że precyzja estymatora, którą wyraża odchylenie  $\Delta$ , jest funkcją dwóch zmiennych niezależnych. Jest ona mianowicie:

- proporcjonalna do odchylenia standardowego istniejącego w populacji stochastycznych odpowiedników estymatora,
- odwrotnie proporcjonalna do liczby przypadkowych elementów populacji składających się na średnią wartość estymatora.

Jeżeli tylko jeden element z populacji jest jej reprezentantem, a więc jego parametr jest estymatorem jej wartości oczekiwanej, jedyną drogą do regulacji precyzji estymacyjnej jest regulacja odchylenia standardowego w populacji elementów. Jeżeli zaś estymator wartości oczekiwanej partii produktu jest lub może być średnią arytmetyczną parametrów z liczby  $n$  elementów, wówczas powiększają się możliwości w zakresie regulowania precyzji takiego estymatora. Oprócz ewentualnego zastosowania pierwszej drogi, co nie zawsze jest w praktyce realne, można skorzystać z drugiej drogi, odpowiednio dostosowując liczbę  $n$  elementów populacji wchodzących w skład wieloelementowego estymatora.

W każdym przypadku zapewnienie warunków sprostania wymaganiom precyzującym poziom statystycznego przybliżenia, którym powinny się charakteryzować wy-



niki oznaczania zestawione w technologicznych lub jakościowych charakterystykach produktów ziarnistych — jest kosztowne.

Jednocześnie wysoka precyzja danych reprezentujących parametry, których znajomość jest niezbędna dla oceny produktu jest korzystna, zwłaszcza z punktu widzenia minimalizacji ryzyka błędu oszacowania jego istotnych właściwości (Martyniak 2000).

Dlatego też przy ustalaniu *pożądanych tolerancji estymacyjnych* należy znaleźć rozsądny kompromis między tymi przeciwstawnymi sobie uwarunkowaniami.

## 4. Rola tolerancji estymacyjnych

### 4.1. Kryterium oceny wielowymiarowych estymatorów jednoelementowych

Przykładem estymatorów jednoelementowych w procedurze estymowania technologicznych i jakościowych charakterystyk produktów ziarnistych są próbki laboratoryjne i analityczne. W praktyce, do przygotowania próbki analitycznej służy tylko jedna próbka laboratoryjna, a oznaczanie interesującego parametru z reguły wykonuje się korzystając tylko z jednej próbki analitycznej.

Wielowymiarowa charakterystyka jakościowa bądź technologiczna produktu ziarnistego zawiera  $L$  parametrów przedstawiających intensywność występowania w nim rozmaitych właściwości. Każdy z nich powinien mieć precyzję w granicach określonych przyporządkowaną mu tolerancją.

#### Ocena próbki analitycznej

Oceniając próbkę analityczną jako jednoelementowy estymator takiej charakterystyki, dla każdej tolerancji  $d_i(a)$  sprawdza się czy jest spełniona nierówność:

$$d_i(a) \geq \Delta_i(a) = t(P_i) s_i(a)$$

którą można przekształcić następująco

$$s_i(a) \leq \frac{d_i(a)}{t(P_i)}$$

W celu uzyskania niezbędnych danych, przygotowuje się populację  $n_a$  próbek analitycznych z próbki laboratoryjnej, wykonuje się laboratoryjne analizy dla oznaczenia poszczególnych parametrów — metodami dającymi wyniki, które mają znane odchylenia standardowe. Następnie dla ocenianej populacji próbek wyznacza się poszczególne odchylenia standardowe przy użyciu wzoru:

$$s_i(a) = \sqrt{\frac{1}{n_a - 1} \sum [w_i(a) - \bar{w}(a)]^2 - s_i^2(w)}$$

w którym:

- $w$  — wynik z analizy laboratoryjnej,
- $w(a)$  — wynik oznaczania charakteryzujący próbkę analityczną,
- $\bar{w}(a)$  — średnia arytmetyczna parametrów z  $n_a$  próbek analitycznych,
- $s^2(w)$  — wariancja populacji wyników oznaczania otrzymanych z populacji naważek pobranych z próbki analitycznej.

Odchylenia standardowe  $s_i(a)$  wynikają z zastosowanej metody przygotowania próbki analitycznej. Porównuje się je z wartościami granicznymi  $\Delta_i(a) = (d_i)_a : t(P_i)$ , dotyczącymi oznaczanych właściwości. Przekroczenie którejkolwiek z nich świadczy o potrzebie zastosowania dokładniejszej metody przygotowania próbki analitycznej z próbki laboratoryjnej.

### Ocena próbki laboratoryjnej

Analogiczny tok postępowania stosuje się, aby ocenić poziom statystycznego przybliżenia (reprezentatywności) próbki laboratoryjnej jako jednoelementowego estymatora wielowymiarowej charakterystyki produktu ziarnistego.

Z próbki ogólnej przygotowuje się populację  $n_l$  próbek laboratoryjnych, z nich przygotowuje się próbki analityczne metodą o znanym odchyleniu standardowym i wykonuje się analizy poszczególnych, oznaczanych parametrów — także metodami, o których wiadomo jakie mają odchylenia standardowe. W ten sposób dla każdej próbki laboratoryjnej otrzymuje się po  $n_l$  wyników oznaczania, przedstawiających jej parametry. Wyniki te są podstawą oszacowania uzyskanych odchyleń standardowych. Każde z nich oblicza się według wzoru:

$$s_i(l) = \sqrt{\frac{1}{n_l - 1} \sum [w_i(l) - \bar{w}(l)]^2 - s_i^2(a + w)}$$

w którym:

- $s_i(a+w)$  — wypadkowe odchylenie standardowe dla stosowanych metod: przygotowania próbki analitycznej i laboratoryjnego oznaczania  $i$ -tego parametru.

Poszczególne odchylenia standardowe  $s_i(l)$  są przedmiotem oceny sposobu przygotowania próbki laboratoryjnej. Porównuje się mianowicie odchylenia  $\Delta_i(l)$  odpowiadające odchyleniom standardowym  $s_i(l)$  z wymaganymi tolerancjami estymacyjnymi  $d_i(l)$ . W przypadku stwierdzenia relacji  $\Delta_i(l) > d_i(l)$  uznaje się, że dokładność przygotowania próbki laboratoryjnej nie jest dostateczna.

## 4.2. Kryterium oceny wektorowych estymatorów jednoelementowych

Wielowymiarowo-wektorowa charakterystyka jakościowa lub technologiczna produktu ziarnistego składa się z  $M$  komponentowych charakterystyk wektorowych, liczących po  $L_j$  parametrów. Badane komponenty produktu mogą być reprezentowane przez próbki laboratoryjne i/lub próbki analityczne.

### Ocena próbki analitycznej

Ocenie poddaje się próbki analityczne pochodzące ze wszystkich komponentów. Każda próbka analityczna jest jednoelementowym estymatorem wielowymiarowej charakterystyki komponentowej. Liczbę porządkową komponentu oznacza się symbolem  $j$ . Symbolem tym uzupełnia się poprzednio podane wzory dotyczące charakterystyk wielowymiarowych i stosuje się je zgodnie z podanymi tam zasadami.

### Ocena próbki laboratoryjnej

Dokonuje się oceny przygotowania próbek laboratoryjnych, które reprezentują wszystkie badane komponenty. Stosowane wzory, które uzupełnia się liczbą porządkową odpowiedniego komponentu i postępowanie — są analogiczne jak w przypadku charakterystyk wielowymiarowych.

## 4.3. Kryterium oceny wielowymiarowych estymatorów wieloelementowych

Przykładem estymatora wieloelementowego jest próbka ogólna, składająca się z  $n_o$  próbek pierwotnych, które — każda oddzielnie — mogą być poddane takim samym badaniom jak próbka ogólna. Dzięki temu jest możliwe uzyskanie o hipotetycznej populacji próbek pierwotnych informacji dotyczących jej statystycznych parametrów drugiego rzędu, które wpływają na statystyczne przybliżenie średnich parametrów z tych próbek do estymowanych parametrów partii produktu.

Wielowymiarowa charakterystyka produktu zawiera  $L$  parametrów. Każdemu  $i$ -temu jej parametrowi, jako wartości średniej, istniejącej w próbce ogólnej, przyporządkowuje się tolerancję  $d_i(o)$ , która określa maksymalny odstęp między tą średnią a parametrem cechującym partię produktu.

Wiedząc ile w przybliżeniu wynoszą odchylenia standardowe  $s_i(p)$  poszczególnych cech jakościowych w populacji próbek pierwotnych, można oszacować miarodajność próbki ogólnej, zawierającej  $n_p$  próbek pierwotnych, pod warunkiem przypadkowego ich rozmieszczenia w masie badanego produktu. Jej miernikiem jest statystyczne przybliżenie istniejące między jej parametrami a parametrami badanej partii produktu. Jest ono dane prawdopodobieństwem  $P$  i wektorem prawdopodobnych odchyień [... $\Delta_i(o)$ ...]. Prawdopodobne odchylenie  $\Delta_i(o)$  jest wyrażone wzorem:

$$\Delta_i(o) = \frac{t(P_i = \sqrt[k]{P})s_i(p)}{\sqrt{n_p}}$$

W celu wyznaczenia odchyłeń standardowych  $s_i(p)$  pobiera się  $n_p$  losowych próbek pierwotnych, z których — każda oddzielnie — jest przedmiotem procedury estymacyjnej. Odchylenie standardowe  $s_i(p)$  oblicza się za pomocą wzoru:

$$s_i(p) = \sqrt{\frac{1}{n_p - 1} \sum [w_i(p) - \bar{w}(p)]^2 - s_i^2(a + w)}$$

w którym występują symbole już poprzednio objaśnione.

Oceny miarodajności próbki ogólnej dokonuje się na podstawie porównania występujących w niej odchyłeń parametrów od ich wartości oczekiwanych dla badanego produktu — z obowiązującymi w tym zakresie tolerancjami estymacyjnymi.

Dostosowanie reprezentatywności próbki ogólnej do przyjętych wymagań estymacyjnych polega na pobraniu odpowiedniej liczby  $n_p$  próbek pierwotnych, która jest funkcją, z jednej strony — pożądanego dla niej przybliżenia statystycznego, danego prawdopodobieństwem  $P$  i wektorem tolerancji estymacyjnych [... $d_i(o)$ ...], z drugiej zaś — od występujących w populacji próbek pierwotnych, w zakresie badanych właściwości, statystycznych parametrów rzędu drugiego. Osiągnięcie wymaganej precyzji estymacyjnej próbki ogólnej zapewnia liczba próbek pierwotnych  $n_p$ , będąca rozwiązaniem równania (Martyniak 1994a, b):

$$\prod_i \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\frac{d_i(o)}{s_i(p)\sqrt{(n_p)}}}^{\frac{d_i(o)}{s_i(p)\sqrt{(n_p)}}} e^{-\frac{1}{2}z^2} dz = P$$

W przypadku gdy rozwiązaniem jest liczba ułamkowa, za pożądaną liczbę próbek pierwotnych uznaje się najbliższą, większą liczbę całkowitą.

Próbki ogólne składające się z mniejszej liczby próbek pierwotnych są estymatorami wielowymiarowych charakterystyk jakościowych lub technologicznych oznaczanych w produktach ziarnistych, nieodpowiadającymi wymaganiami ich reprezentatywności, które mogą być sprecyzowane i dotrzymane tylko wówczas, gdy postępuje się zgodnie z zasadami reprezentacyjnej metody badań wyrwykowych.

Jeżeli w innych etapach procedury estymacyjnej niż pobieranie próbki ogólnej byłyby stosowane estymatory wieloelementowe, regulacja liczby ich elementów składowych miałaby analogiczny przebieg.

#### 4.4. Kryterium oceny wektorowych estymatorów wieloelementowych

Wielowymiarowo-wektorowym estymatorem wieloelementowym jest próbka ogólna, przeznaczona do rozdzielania jej na poszczególne komponenty (składniki), z których utworzony jest produkt ziarnisty. Komponenty produktu znajdujące się w próbce ogólnej są *komponentowymi próbkami ogólnymi*, które ocenia się z punktu widzenia poziomu ich reprezentatywności. Jego miernikiem jest osiągnięte statystyczne przybliżenie parametrów takiej próbki do parametrów całej ilości danego komponentu, którą zawiera badany produkt. Ocena tak określonego statystycznego przybliżenia, którym charakteryzuje się komponentowa próbka ogólna, polega na porównaniu odchyleń  $(\Delta_{ij})_o$  jej parametrów od estymowanych parametrów badanego komponentu — z ustalonymi tolerancjami estymacyjnymi  $d_{ij}(o)$ . W celu oszacowania tych odchyleń równych  $(\Delta_{ij})_o = t(P_{ij}) s_{ij}(o)$ , trzeba wiedzieć, jakie odchylenia standardowe  $s_{ij}(o)$  występują w hipotetycznej populacji komponentowych próbek ogólnych.

Komponentowe próbki ogólne są połączonymi *komponentowymi próbkami pierwotnymi*, które są komponentowymi składowymi próbek pierwotnych produktu ziarnistego.

Przybliżoną wartość liczbową odchylenia standardowego  $s_{ij}(o)$  w zakresie  $i$ -tej właściwości  $j$ -tego komponentu dla hipotetycznej populacji komponentowych próbek ogólnych oszacowuje się na podstawie wzoru

$$s_{ij}(o) = \frac{s_{ij}(p)}{\sqrt{n_p}}$$

który ma zastosowanie jedynie wówczas, gdy próbki pierwotne, służące do wyznaczenia odchyleń standardowych  $s_{ij}(p)$  miały charakter losowy. Odchylenia te, interpretowane jako odchylenia standardowe hipotetycznej populacji komponentowych próbek pierwotnych, mogą być znane jedynie w przybliżeniu. Do ich otrzymania służy wzór:

$$s_{ij}(p) = \sqrt{\frac{1}{n_p - 1} \sum_1^{n_p} [w_{ij}(p) - \bar{w}(p)]^2 - s_{ij}^2(a + w)}$$

Aby wymagane tolerancje estymacyjne  $d_{ij}(o)$  zostały dotrzymane w komponentowej próbce ogólnej, liczba  $(n_p)_j$  wchodzących w jej skład komponentowych próbek pierwotnych powinna spełniać równanie (Martyniak 1994a, b):

$$\prod_{i(j)} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\frac{d_{ij}(o)}{s_{ij}(p)\sqrt{(n_p)_j}}}{\frac{d_{ij}(o)}{s_{ij}(p)\sqrt{(n_p)_j}}} e^{-\frac{1}{2}z^2} dz = P_j$$

Jeżeli pierwiastkiem równania jest liczba ułamkowa, jako szukane rozwiązanie przyjmuje się najbliższą, większą liczbę całkowitą.

W związku z tym, że na ogół statystyczne parametry drugiego rzędu w populacjach próbek pierwotnych z różnych komponentów są zróżnicowane, dla każdego komponentu może być odpowiednia inna liczba próbek pierwotnych niż dla pozostałych. Jednakże próbka ogólna produktu zawiera tę samą liczbę komponentowych próbek pierwotnych z każdego komponentu tworzącego ten produkt. A zatem nie może ona zapewnić jednakowego poziomu reprezentatywności poszczególnych, komponentowych próbek ogólnych. Jest to cecha szczególna dla tego rodzaju badań, których celem jest estymacja parametrów w podzbiorowościach nie dających się oddzielić ze zbiorowości przed pobraniem z niej próbek. Przykładem tego typu populacji są produkty ziarniste, z których można wyselekcjonować komponenty dopiero z ich próbek. W przypadku gdy liczby komponentowych próbek pierwotnych, wynikające z wymagań estymacyjnych, są różne, liczbę próbek pierwotnych w próbce ogólnej produktu wyznacza się według uzupełniającego kryterium probabilistycznego (Martyniak 1994a, b). Konkretnie statystyczne przybliżenia estymowanych parametrów, osiągnięte w poszczególnych stadiach procedury estymacyjnej dla różnych komponentów, oszacowuje się na podstawie odchyłeń standardowych  $s_{ij}(k)$  i współczynników ufności  $t(P_M)_j$  i ocenia się je na podstawie porównania ich z odpowiednimi tolerancjami  $d_{ij}$  (Martyniak 1997).

## 5. Zależność dopuszczalnych różnic między wynikami oznaczania od tolerancji estymacyjnych

5.1. Dopuszczalna różnica między wynikami oznaczania jako funkcja tolerancji estymacyjnych wymaganych dla estymatorów w zrealizowanych etapach procedury estymacyjnej

Różnice między równoległymi wynikami oznaczania, które dotyczą tego samego etapu procedury estymacyjnej, określają powtarzalność tychże wyników, uzyskaną po jego realizacji. Są one funkcją kumulujących się, przypadkowych odchyłeń pochodzących z już wykonanych stadiów danej procedury. Dopuszczalne różnice między tymi wynikami, które są kryterium ich zgodności, są zatem funkcjami dopuszczalnych odchyłeń przyporządkowanych tymże stadiom, danych wymaganymi tolerancjami estymacyjnymi. Dlatego też tolerancje te są wyjściową podstawą do ustalenia dopuszczalnych różnic między wynikami równoległych oznaczeń, reprezentującymi parametry produktu w określonym etapie procedury estymacyjnej.

Ogólnie biorąc, dopuszczalna różnica  $d_r(ij)_k$  między wynikami oznaczania  $i$ -tego parametru w produkcie lub  $j$ -tym jego komponencie po  $k$ -tym stadium estymacyjnym, jest równa podwojonej tolerancji wymaganej w tych warunkach dla odchylenia parametru danej próbki:

$$d_r(ij)_k = 2d_{ij}(w...k)$$

gdzie

$$d_{ij}(w...k) = \sqrt{(d_{ij})_w^2 + \dots + (d_{ij})_k^2}$$

Stosowana procedura estymacyjna powinna zapewniać pożądaną powtarzalność wyników oznaczania za każdym razem wydzielania próbki, która reprezentuje pozostawioną ilość produktu. Aby to sprawdzić, oznacza się parametry w dwóch odrębnych próbkach tego samego rzędu, to jest otrzymanymi w kontrolowanym etapie estymacyjnym, i różnicę między nimi porównuje się z wymaganą różnicą dopuszczalną. Jeżeli różnica między wynikami oznaczania obciążonymi odchyleniami ze wszystkich etapów procedury estymacyjnej nie jest większa niż różnica dopuszczalna, świadczy to nie tylko o zgodności porównywanych wyników oznaczania, lecz także o zgodności między tymi wynikami a rzeczywistym parametrem partii produktu.

## 5.2. Dopuszczalna różnica między wynikami oznaczania właściwości tej samej próbki analitycznej

Stosowane w praktyce metody analiz laboratoryjnych zazwyczaj są znormalizowane i mają określone dopuszczalne różnice między wynikami oznaczania różnych właściwości z tej samej próbki analitycznej. Z reguły podstawą obliczenia średniej arytmetycznej, uznawanej za wynik reprezentujący próbkę analityczną, są dwa wyniki, których różnica nie przekracza granicznej wartości  $d_r(ij)_w$ . Pojedynczy wynik reprezentuje próbkę analityczną tylko wówczas, gdy analiza obejmuje całą masę próbki analitycznej. W takim przypadku etapy analizy i przygotowania próbki analitycznej nakładają się na siebie i zlewają się w jeden wspólny etap, który pod względem dopuszczalnych różnic między wynikami oznaczania może być sprawdzany dopiero od stadium, w którym przygotowano próbkę analityczną.

Należy zwrócić uwagę, że dopuszczalna różnica  $d_r(ij)_{w(2)}$  pomiędzy dwiema średnimi arytmetycznymi, otrzymanymi z dwóch analiz laboratoryjnych, przedstawiająca powtarzalność wyników oznaczania, które reprezentują tę samą próbkę analityczną, jest funkcją dopuszczalnej różnicy  $d_r(ij)_w$  między pojedynczymi wynikami laboratoryjnych analiz z próbki analitycznej i wynosi:

$$d_r(ij)_{w(2)} = \frac{d_r(ij)_w}{\sqrt{2}}$$

Takiej różnicy dopuszczalnej odpowiada tolerancja  $d_{ij}(w)$  dla odchylenia pojedynczego wyniku oznaczania z próbki analitycznej:

$$d_{ij}(w) = \frac{1}{2} d_r(ij)_w$$

oraz tolerancja  $d_{ij}[w(2)]$  dla odchylenia średniej arytmetycznej z dwóch wyników oznaczania z próbki analitycznej:

$$d_r[w(2)] = \frac{1}{2} d_r(ij)_{w(2)} = \frac{d_r(ij)_w}{2\sqrt{2}}$$

### 5.3. Dopuszczalna różnica między wynikami oznaczania właściwości w dwóch próbkach analitycznych pochodzących z tej samej próbki laboratoryjnej

Dopuszczalna różnica  $d_r(ij)_a$  między wynikami oznaczania tej samej właściwości w dwóch próbkach analitycznych, przygotowanych z jednej próbki laboratoryjnej lub ogólnej, jeżeli stadium przygotowania próbki laboratoryjnej pomija się, jest funkcją tolerancji estymacyjnych  $d_{ij}[w(2)]$  i  $d_{ij}(a)$

$$d_r(ij)_a = 2\sqrt{d_{ij}^2[w(2)] + d_{ij}^2(a)}$$

Jeżeli całą masę próbki analitycznej poddaje się analizie laboratoryjnej, wówczas odchylenie spowodowane wzięciem do niej części tej próbki nie występuje. Wobec tego  $d_{ij}[w(2)] = 0$ , a w konsekwencji  $d_r(ij)_a = 2d_{ij}(a)$ .

Znając dopuszczalną różnicę między wynikami oznaczania z jednej próbki analitycznej, można ją wykorzystać w powyższym wzorze bezpośrednio, przez podstawienie zamiast tolerancji  $d_{ij}^2[w(2)]$  — jej równoważnika wyrażonego tą różnicą, który wynosi  $d_r(ij)_w : 2\sqrt{2}$ .

Z punktu widzenia potrzeb praktycznych, dopuszczalna różnica między wynikami oznaczania tej samej właściwości w dwóch próbkach analitycznych, wynika:

- po pierwsze z dopuszczalnej różnicy między wynikami oznaczania reprezentującymi analogiczny parametr tej samej próbki analitycznej,
- po drugie z tolerancji wymaganej dla tego parametru próbki analitycznej.

### 5.4. Dopuszczalna różnica między wynikami oznaczania właściwości w dwóch próbkach laboratoryjnych pochodzących z tej samej próbki ogólnej

Dopuszczalna różnica  $d_r(ij)_l$  między wynikami oznaczania tej samej właściwości w próbkach laboratoryjnych przygotowanych z tej samej próbki ogólnej zależy od wymaganych tolerancji estymacyjnych, które określają graniczną wielkość odchyżeń nabywanych przez estymator wartości oczekiwanej wspomnianej właściwości podczas analizy laboratoryjnej, przygotowania próbki analitycznej i przygotowania próbki laboratoryjnej:

$$d_r(ij)_l = 2\sqrt{d_{ij}^2[w(2)] + d_{ij}^2(a) + d_{ij}^2(l)} = 2\sqrt{\left[\frac{1}{2}d_r(ij)_a\right]^2 + d_{ij}^2(l)}$$

Mając daną dopuszczalną różnicę między wynikami oznaczania na poziomie próbek analitycznych oraz wymaganą tolerancję dla estymatora wartości oczekiwanej, oznaczanej właściwości — na poziomie próbki laboratoryjnej, dysponuje się wystarczającymi informacjami, aby uzyskać liczbowe określenie dopuszczalnej różnicy między wynikami oznaczania na poziomie próbek laboratoryjnych.



5.5. Dopuszczalna różnica między wynikami oznaczania właściwości w dwóch próbkach ogólnych pobranych z tej samej partii produktu ziarnistego

Zasada powiązania dopuszczalnej różnicy między wynikami oznaczania analogicznej właściwości w próbkach ogólnych pobranych z tej samej partii produktu ziarnistego z tolerancjami wymaganymi dla odchyłeń powstających w poszczególnych stadiach estymacyjnych oraz z dopuszczalnymi różnicami między wynikami oznaczania równoległe przygotowanych próbek w kolejnych etapach procedury estymacyjnej — jest identyczna jak przedstawiona poprzednio dla próbek analitycznych i laboratoryjnych.

Jeżeli wynik oznaczania parametru próbki ogólnej uzyskuje się w efekcie zastosowania wszystkich rozpatrywanych etapów estymacyjnych, dopuszczalna różnica  $d_r(ij)_o$  między wynikami oznaczania dla próbek ogólnych jest określona wzorem:

$$d_r(ij)_o = 2\sqrt{d_{ij}^2[w(2)] + d_{ij}^2(a) + d_{ij}^2(l) + d_{ij}^2(o)} = 2\sqrt{\left[\frac{1}{2}d_r(ij)_l\right]^2 + d_{ij}^2(o)}$$

Jeżeli w procedurze estymacyjnej brak jest niektórych etapów, gdyż próbki wydzielone z próbek ogólnych, a nawet próbki ogólne, od razu są próbkami analitycznymi, odpowiednio dostosowuje się roboczą postać wzoru, usuwając z niego niepotrzebne tolerancje i dopuszczalne różnice między wynikami oznaczania estymowanych parametrów produktu ziarnistego. Jednak w każdym przypadku dopuszczalna różnica między wynikami oznaczania parametru w dwóch próbkach ogólnych, pobranych z tej samej partii produktu ziarnistego, jest co najmniej funkcją tolerancji dla parametru charakteryzującego próbkę ogólną oraz dopuszczalnej różnicy między wynikami oznaczania tego parametru z tej samej próbki analitycznej. Gdy zaś etapów estymacyjnych jest więcej, powyższy wzór rozbudowuje się, zgodnie z przedstawionymi tu zasadami.

## 6. Podsumowanie

Praktycznym kryterium umożliwiającym ocenę, czy różnice między równoległymi wynikami oznaczania wybranego parametru produktu ziarnistego lub jego komponentu świadczą o ich zgodności bądź o ich rozbieżności — są ich dopuszczalne różnice.

Różnice te są funkcją wymaganego przybliżenia statystycznego, które powinno być osiągnięte przez oceniany estymator w danym stadium estymacyjnym. Przybliżenie takie jest osiągane wówczas, gdy dostatecznie często nie przekracza się granic danych tolerancjami estymacyjnymi dla odchyłeń parametrów próbek i wyników oznaczania. Tolerancje te wskazują maksymalną wielkość odchyłeń między branymi pod uwagę parametrami a ich estymatorami w poddawanych ocenie etapach procedury estymacyjnej.

Warunkiem uzyskania statystycznego przybliżenia spełniającego wymagania jest:

- w przypadku estymatorów jednoelementowych: zapewnienie warunków kształtowania się w hipotetycznej populacji estymatorów wartości oczekiwanej ozna-

czanego parametru produktu ziarnistego, odchylenia standardowego, nie większego niż liczbowa wartość stosunku wymaganej tolerancji do współczynnika ufności, który odpowiada wymaganemu poziomowi ufności, czyli — prawdopodobieństwu estymacyjnemu,

- w przypadku estymatorów wieloelementowych: uwzględnienie niezbędnej liczby  $n$  przypadkowych elementów z ich populacji, które wchodzi w skład estymatora, przy czym liczbę  $n$  dobiera się tak, aby stosunek odchylenia standardowego obserwowanego w populacji elementów do pierwiastka kwadratowego z liczby  $n$  nie był większy niż stosunek tolerancji estymacyjnej, wymaganej dla tego estymatora, do odpowiedniego współczynnika ufności.

Matematyczne modele estymacyjne, adekwatne do oznaczanych charakterystyk surowców ziarnistych, wynikają z podstawowych założeń i zasad estymacji wielowymiarowej i wektorowej. Ich zastosowanie umożliwia potraktowanie dowolnej charakterystyki jakościowej lub technologicznej produktu jako jednej całości. Nawiązuje do nich rozpatrywane, wielowymiarowo-wektorowe kryterium powtarzalności wyników oznaczania, które razem przedstawiają jakościową lub technologiczną charakterystykę produktu ziarnistego, uwzględniając dowolny stopień jej komplikacji. Jego podstawę wyjściową stanowi łączne (wypadkowe) prawdopodobieństwo wystąpienia w kolejnych stadiach estymacyjnych konkretnych odchyień estymatorów od estymowanych parametrów badanego produktu.

Prawdopodobieństwo estymacyjne dotyczące każdego oznaczanego parametru jest funkcją prawdopodobieństwa łącznego oraz liczby parametrów tworzących oznaczaną charakterystykę produktu. W związku z tym, temu samemu poziomowi składowej probabilistycznej statystycznego przybliżenia dla charakterystyk, które różnią się stopniem komplikacji oraz równym sobie tolerancjom estymacyjnym dla takich samych właściwości, odpowiadają inne dopuszczalne różnice między wynikami ich oznaczania, a co za tym idzie — indywidualny poziom ich powtarzalności jest zróżnicowany.

Tolerancje estymacyjne określa się w nawiązaniu do naturalnych warunków oraz istniejących potrzeb praktycznych, które decydują o poziomie statystycznego przybliżenia estymatorów, a w konsekwencji o ryzyku poniesienia strat związanych ze zbyt mało precyzyjnym oznaczeniem właściwości produktu ziarnistego.

Jeżeli zostaną dotrzymane tolerancje estymacyjne wymagane w kolejnych etapach procedury estymacyjnej, różnice między wynikami równoległego oznaczania, reprezentującymi parametr produktu ziarnistego po każdym z etapów realizowanej procedury estymacyjnej, nie przekroczą wymaganej dla tego etapu — dopuszczalnej różnicy między porównywanymi wynikami, określonej z uwzględnieniem wspomnianych tolerancji.

Uzyskiwane w praktyce różnice między wynikami oznaczania przyporządkowanymi estymatorom otrzymanym niezależnie od siebie w danym stadium estymacyjnym są miernikiem powtarzalności wyników badań osiąganego w tymże stadium. Dopuszczalne różnice określają natomiast taki poziom powtarzalności, interpretowany jako minimalny, poniżej którego rozbieżność wyników oznaczania (większa niż wynosi dopuszczalna różnica) jest mało prawdopodobna.

W praktyce dogodnie jest korzystanie z reguły, że dopuszczalna różnica między wynikami oznaczania, reprezentującymi w danym stadium estymacyjnym parametr partii produktu ziarnistego, wynika z tolerancji estymacyjnej wymaganej w tym stadium i z dopuszczalnej różnicy między wynikami oznaczania przedstawiającymi ten sam parametr w następnym stadium procedury estymacyjnej.

Dopuszczalna różnica między wynikami równoległego oznaczania, przedstawiającymi właściwości produktu ziarnistego reprezentowane w danym etapie procedury estymacyjnej, jest kryterium zarówno ich wzajemnej zgodności, jak też ich zgodności z estymowanymi parametrami tego produktu.

W szczególności zaś, różnica między końcowymi wynikami równoległego oznaczania parametrów produktu, obciążonymi skumulowanymi odchyleniami ze wszystkich stadiów procedury estymacyjnej, mniejsza niż dopuszczalna różnica — świadczy nie tylko o zgodności między nimi, lecz także o ich zgodności z rzeczywistymi parametrami badanego produktu.

#### LITERATURA

- Bobrowski D., 1980: Probabilistyka w zastosowaniach technicznych. PWN, Warszawa.
- Deutsh R., 1969: Teoria estymacji. PWN, Warszawa.
- Fisz M., 1967: Rachunek prawdopodobieństwa i statystyka matematyczna. PWN, Warszawa.
- Hellwig Z., 1987: Elementy rachunku prawdopodobieństwa i statystyki matematycznej. PWN, Warszawa.
- Martyniak J., 1987: Ogólne zasady pobierania próbek kopalni stałych. Przegląd Górniczy 9, 21–24.
- Martyniak J., 1992: Wariacje właściwości kopalni w populacjach próbek pierwotnych. Archiwum Górnictwa 37, 2, 191–245.
- Martyniak J., 1994a: Miarodajność charakterystyk węgla w świetle analizy wielowymiarowej i wektorowej. Monogr., Prace Naukowe GIG nr 790.
- Martyniak J., 1994b: A Multidimensional and Multiwectorial Criterion of Representativeness for Preparation Properties of Coal. Gospodarka Surowcami Mineralnymi 10, 2, 229–249.
- Martyniak J., 1994c: A Method to Assess the Reliability of Coal Preparation Parameters Characterizing a Collected Sample. Gospodarka Surowcami Mineralnymi 10, 4, 569–575.
- Martyniak J., 1995: Problemy estymacji charakterystyk jakości węgla. Materiały konferencyjne „Automatyzacja Procesów Przeróbki Mechanicznej Węgla”. Min-TECH, Szczyrk, 109–114.
- Martyniak J., 1997: Podstawy i przykłady szacowania mierników reprezentatywności próbek ogólnych węgla. Przegląd Górniczy 6, 26–30.
- Martyniak J., Wycisk H., 1997: Matematyczne modele tolerancji dla wyników z podstawowych przerobczych obliczeń bilansowych. Monogr., Prace Naukowe GIG nr 823.
- Martyniak J., 2000: Warunek zmniejszenia ryzyka błędu oszacowania właściwości kopaliny decydujących o jej zakwalifikowaniu do konkretnej kategorii jakościowej. Gospodarka Surowcami Mineralnymi 16, 1, 5–28.
- Pawłowski Z., 1972: Wstęp do statystycznej metody reprezentacyjnej. PWN, Warszawa.
- Pawłowski Z., 1981: Statystyka matematyczna. PWN, Warszawa.
- Steczkowski J., 1988: Zastosowanie metody reprezentacyjnej w badaniach społeczno-ekonomicznych. PWN, Warszawa.
- Zasępa R., 1972: Metoda reprezentacyjna. PWE, Warszawa.

REVIEW BY: PROF. DR HAB. INŻ. WAŁAW TRUTWIN, KRAKÓW

Received: 23 March 2001