

## UZORKOVANJE KAO FAKTOR OBEZBJEĐENJA VALIDNOSTI REZULTATA ISPITIVANJA

### SAMPLING AS A FACTOR IN ENSURING THE VALIDITY OF TEST RESULTS

**dr.sci. Belma Fakić, viši naučni saradnik**  
Univerzitet u Zenici, Institut „Kemal Kapetanović“ u Zenici

**mr.sci. Branka Muminović, istraživač savjetnik**  
Univerzitet u Zenici, Institut „Kemal Kapetanović“ u Zenici

**mr.met mat. Adisa Burić, viši istraživač saradnik**  
Univerzitet u Zenici, Institut „Kemal Kapetanović“ u Zenici

#### REZIME

*U cilju obezbjeđenja validnosti rezultata ispitivanja potrebno je provesti ispitivanje određenog broja uzoraka koji moraju biti reprezentativni. Način, lokacija i broj uzimanja uzoraka značajno utječe na pouzdanost rezultata ispitivanja. Iz osnovnog skupa se uzima reprezentativni uzorak koji se ispituje i na osnovu rezultata ispitivanja donosi se odluka o kvalitetu određenog proizvoda. Uzorak je reprezentativan ako po svojim osnovnim svojstvima nalikuje na populaciju. Standard BAS EN ISO/IEC 17025:2018 u tački 7.3 navodi obavezu akreditovanog laboratorija za postupanjem u vezi sa uzorkovanjem, izradom planova uzorkovanja i primjenom odgovarajućih metoda uzorkovanja.*

*U ovom radu dat je način realizacije aktivnosti vezanih za uzorkovanje u jednom akreditovanom laboratoriju.*

**Ključne riječi:** standard, uzorkovanje, metoda ispitivanja, kvalitet

#### ABSTRACT

*In order to ensure the validity of the test results, it is necessary to perform testing of a certain number of samples that must be representative. The method, location and number of sampling significantly affect the reliability of the test results. A representative sample is taken from the basic set and tested, and based on the test results, a decision is made on the quality of a particular product. A sample is representative if its basic properties resemble the population. The BAS EN ISO/IEC 17025:2018 standard in point 7.3 states the obligation of an accredited laboratory to act in relation to sampling, develop sampling plans and apply appropriate sampling methods. This paper provides a method for implementing sampling activities in an accredited laboratory.*

**Keywords:** standard, sampling, test method, quality

## 1. UVOD

U cilju obezbjeđenja validnosti rezultata ispitivanja potrebno je provesti ispitivanje određenog broja uzoraka. Način uzimanja uzoraka, lokacija mjesta sa kog je uzet uzorak kao i broj uzetih uzoraka značajno utječe na tačnost rezultata ispitivanja. Uzorkovanje je metod prikupljanja informacija o cijeloj populaciji bez ispitivanja svakog člana populacije [1,2]. Izbor metode uzorkovanja može povećati ili uništiti valjanost nekog istraživanja.

## 2. ISTORIJSKI OSVRT NA UZORKOVANJE

Prvi pisani trag o uzorkovanju datira još iz 16. vijeka u knjizi “De Re Metallica” – “O prirodi metala” koju je napisao njemački istraživač Georgius Agricola [1,2,3]. U knjizi se opisuje uzimanje uzorka za analizu bakarnih poluga (legura bakra-srebra-zlata). Ispitivač treba da uzme male komadiće veličine pola lješnjaka iz sredine metalne pogače (ako je mala pogača) i komad veličine pola kestena (ako je veća pogača) i treba ih zajedno ispitati Pierre Gy, u svojoj publikaciji iz 1967. je objavio rad o uzorkovanju kao *Exposé rapide de l'art de l'échantonnage par un praticien* autora J. Zieglersa, gdje navodi da je Zieglers razmatrao pitanje heterogenosti materijala koji se uzorkuje i daje niz recepata za rad s metalurškim materijalima. Gy dalje navodi da je njemački istraživač Lampadius (1801), pružio praktičnu osnovu za uzorkovanje minerala u *Manuel de métallurgie générale* [3, 4]. Izgled radnog prostora za ispitivanje iz Erckerovog Beschreibunga iz 1574. godine dat je na slici 1.



Slika 1. Radni prostor za testiranje, iz Erckerovog Beschreibunga iz 1574. godine [4]

Razvojem analitičke hemije u prvoj polovini 19. vijeka, javlja se pitanje uzorkovanja vezano za tačnost analize koja se postiže. O uzorkovanju dalje piše D. W. Brunton (1849-1927), rudarski inženjer rođen u Kanadi. Značajan doprinos po pitanju uzorkovanja dali su Brunton i Warwick koji su shvatili da mehanički ispravno uzorkovanje obuhvata prikupljanje uzoraka iz cijelog toka procesa u određenom vremenu, a ne samo jednog njegovog dijela. Doprinos razvoju teorije uzorkovanja dao je prof. J. H. Venter (1982) na Univerzitetu Potchefstroom u Južnoj Africi, koji je koristio teoriju karakterističnih funkcija i pretpostavku da se statistička fluktuacija mase uzorka može zanemariti kako bi se obezbijedila računaska metoda koja ne daje samo varijansu uzorkovanja već i cjelokupnu funkciju raspodjele uzorkovanja [3].

Ispitivanje uzoraka je važan dio statističke kontrole kvaliteta koju su popularisali Dodge i Roming i prvobitno ju je primijenila vojska SAD-a za testiranje municije tokom drugog svjetskog rata [3]. Ispitivanje određenog broja slučajno odabranih metaka donekle je smanjilo mogućnost otkazivanja municije na ratištu i pokrenulo razvoj teorije uzorkovanja.

### 3. REPREZENTATIVNOST UZORKA

Uzorak je reprezentativan ukoliko po svojim osnovnim svojstvima odgovara osnovnom skupu. Reprezentativnost se postiže ispravnim izborom elemenata osnovnog skupa [3]. Pravilan odabir uzorka će omogućiti dobivanje rezultata ispitivanja na osnovu kojih će se procijeniti svojstva osnovnog skupa.

Uzorak podrazumijeva podskup odabran iz populacije i izbor adekvatnog reprezentativnog uzorka omogućava da se rezultati ispitivanja primijene na cijelu populaciju. Ispitivanje svakog uzorka nema smisla, a s druge strane ukoliko se nijedan uzorak ne bi ispitao, postojala bi mogućnost otkazivanja proizvoda, što bi moglo dovesti do katastrofalnih posljedica.

Kod odabira reprezentativnog uzorka, treba jasno i precizno odrediti parametre šire populacije, tj. okvir odabira uzorka, jer reprezentativni uzorak reprezentuje čitavu populaciju koja se ispituje, odnosno po svojim osnovnim svojstvima nalikuje na populaciju i predstavlja umanjenu sliku osnovnog skupa [2].

### 4. PODJELA UZORAKA

Kod izbora uzoraka, osnovna podjela bazirana je na slučajnim uzorcima čiji se izbor zasniva na teoriji vjerovatnoće i na namjerne uzorke čiji se izbor ne zasniva na teoriji vjerovatnoće.

U slučaju uzorkovanja koje se zasniva na vjerovatnoći, svaki član populacije ima poznate šanse da učestvuje u ispitivanju, tada je riječ o slučajnom uzorku. Slučajni uzorci mogu biti [3,5]: jednostavan uzorak, stratifikovan uzorak, sistematski uzorak i klaster uzorak.

U slučaju uzorkovanja bez vjerovatnoće, članovi grupe se biraju tako da svaki član populacije nema priliku da bude izabran i učestvuje u ispitivanju, što znači da nije riječ o slučajno izabranom uzorku. Ovi uzorci mogu biti [3,5]: namjerni uzorak, kvotni uzorak, pogodni uzorak i “snow ball” uzorak.

U tabeli 1. je dat pregled kratkog opisa tehnika uzorkovanja i vrste uzorka te njihove prednosti i nedostaci.

*Tabela 1. Pregled kratkog opis tehnika uzorkovanja i vrste uzorka te njihove prednosti i nedostaci [3,5]*

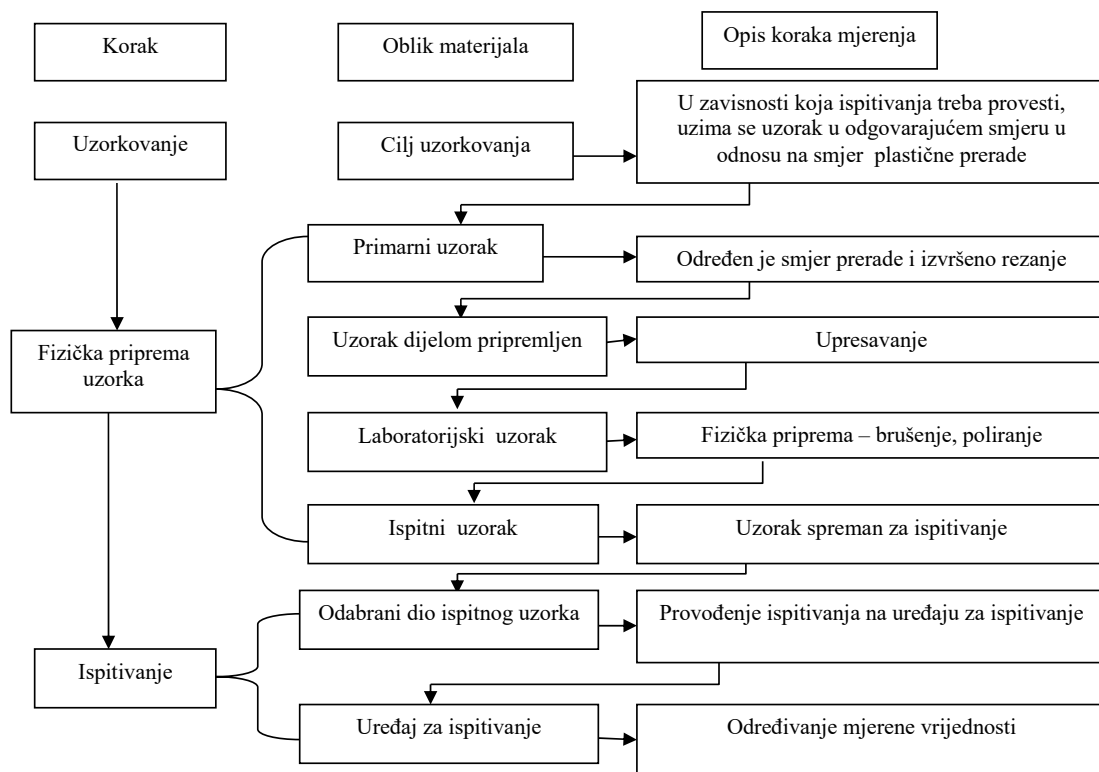
| Tehnika uzorkovanja | Opis                                                                                       | Prednosti                                                                                                             | Nedostaci                                                                                                                         |
|---------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Slučajni            | Članovi grupe uzoraka biraju se na slučajan način                                          | Visoko efikasan ako svi subjekti učestvuju u prikupljanju podataka                                                    | Visok nivo greške uzorkovanja kada je veličina uzorka mala                                                                        |
| Stratifikovani      | Zastupljenost određene podgrupe ili slojeva                                                | Efikasno predstavljanje svih podgrupa<br>Precizne procjene u slučajevima homogenosti ili heterogenosti unutar slojeva | Potrebno je poznavanje slojeva članstva<br>Kompleksno za primjenu na praktičnim nivoima                                           |
| Sistematski         | Uključivanje svakog N-tog člana populacije u studiju                                       | Vremenski efikasno<br>Isplativo                                                                                       | Velika pristranost uzorkovanja ako postoji periodičnost                                                                           |
| Klaster             | Klasteri učesnika koji predstavljaju populaciju identifikovani su kao članovi grupe uzorka | Vremenski efikasan<br>Isplativo                                                                                       | Informacije na nivou grupe moraju biti poznate<br>Obično veće greške uzorkovanja u poređenju s alternativnim metodama uzorkovanja |

|             |                                                                   |                                                                     |                                                                                                     |
|-------------|-------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Višestepeni | Uzorkovanje provedeno u nekoliko faza                             | Informacije na nivou grupe moraju biti poznate                      | Kompleksno za provođenje<br>Pod utjecajem ograničenja klastera i stratificiranih metoda uzorkovanja |
| Kvotni      | Članovi grupe uzoraka se biraju na osnovu specifičnih kriterijuma | Visok nivo pouzdanosti od slučajnog uzorkovanja<br>Obično isplativo | Visok nivo subjektivnosti<br>Teško je procijeniti grešku uzorkovanja                                |
| Pogodni     | Pogodno dobijanje učesnika bez ikakvih zahtjeva                   | Visok nivo jednostavnosti i lakoće<br>Korisnost u pilot studijama   | Najviši nivo greške uzorkovanja<br>Pristrasnost odabira                                             |

## 5. UZORKOVANJE U PROCESU MJERENJA U METALOGRAFSKOM LABORATORIJU

U procesu ispitivanja postoje mnogi posredni koraci, kao što su rukovanje sa uzorcima, transport i čuvanje. Svaki korak daje doprinos nesigurnosti mjerenja [6].

Na slici 2. je dat šematski prikaz procesa mjerenja od primarnog uzorkovanja, pripreme uzoraka i ispitivanja u metalografskom laboratoriju.



Slika 2. Šematski prikaz procesa ispitivanja [6, autori].

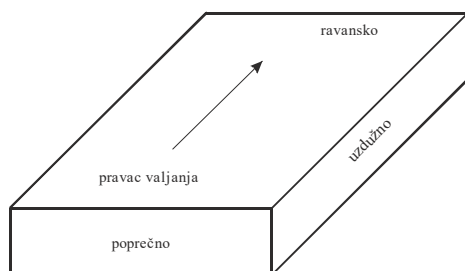
U Metalografskom laboratoriju se za potrebe raznih metoda ispitivanja koriste uzorci koji su uzeti iz različitih položaja ispitnog komada. Da bi rezultat metalografskog ispitivanja bio uspješan jako je bitno da uzorkovanje bude urađeno u skladu sa standardom. Na rezultat ispitivanja metalografskog uzorka utjecaj ima i kvalitet pripreme uzorka.##

U predmetima ispitivanja koji su dobiveni livenjem, sve orijentacije uzorka su u osnovi jednake. U slučaju kada je potrebno ispitati sadržaj nemetalnih uključaka, u predmetu ispitivanja koji je dobiven postupcima plastične prerade – kovanja ili valjanja ispitna površina treba da je paralelna s osom vruće prerade, jer je savitljivost uključaka važan faktor u identifikaciji onečišćenja u materijalu. Za rutinsku kontrolu kvaliteta, biraju se uzorci sa vrha i dna prvog, srednjeg i posljednjeg ingota nakon što su valjani u gredice. Veličina i koncentracija uključaka varira kroz proizvod, svi postupci uzorkovanja moraju biti standardizovani na mjestima ispitivanja s obzirom na lokaciju unutar izvornog ingota i po presjeku [7].#

#

Na slici 3. dat je primjer valjanog proizvoda i lokacije uzoraka za određena metalografska ispitivanje.

#



#

#

Slika 3. Ravni u valjanom proizvodu – uzdužno, poprečno i ravansko [8].#

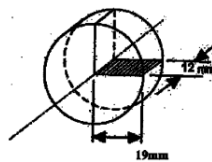
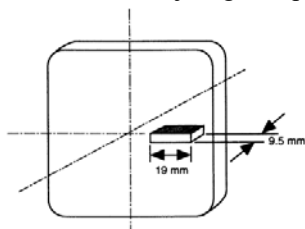
#

Poprečni presjek se posmatra u slučaju: ispitivanja i mjerenja veličine zrna, određivanja uniformnosti sekundarne mikrostrukture od površine prema centru, određivanja rasporeda nemetalnih uključaka, mjerenja dubine razugljeničenja.

Uzdužni presjek se posmatra u slučaju: određivanja sadržaja i morfologije nemetalnih uključaka, stepena izduženja nemetalnih uključaka, određivanja stepena feritno-perlitne trakavosti, mjerenje stepena deformacije zrna – „aspect ratio“ – odnosno odnos dužine naspram širine konstituenta.

Presjek koji je paralelan sa pravcem valjanja, odnosno ravanski presjek se koristi za ispitivanje mikrostrukture po dubini ispod površine.

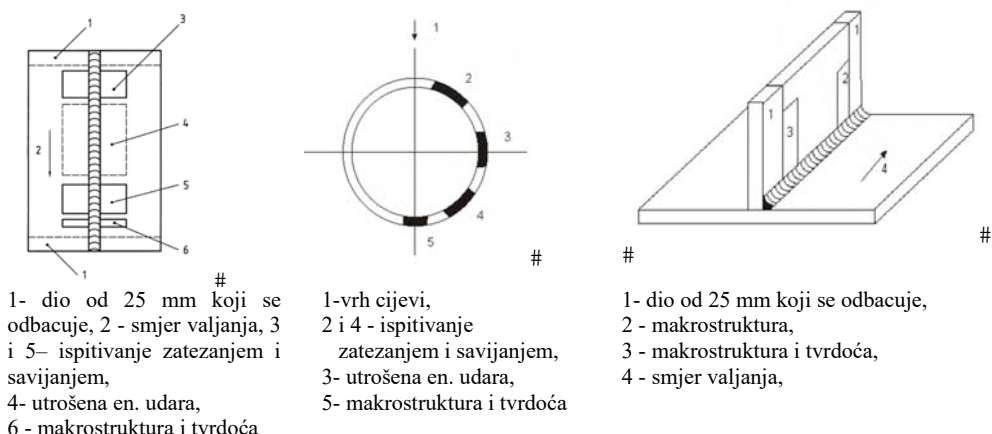
Na osnovu lokacija datih u standardnim metodama ispitivanja uzimanje reprezentativnog uzorka iz uzorka dostavljenog na ispitivanje predstavljeno je na slikama 4 i 5.



#

#

Slika 4. Uzorkovanje za ispitivanje sadržaja nemetalnih uključaka [9].#



Slika 5. Uzorkovanje za ispitivanje zavarenih spojeva [10].#

### 5.1 Plan uzorkovanja

Plan uzorkovanja se pravi prema smjernicama standarda za metode ispitivanja i standarda za proizvode i poluproizvode. Za potrebe ispitivanja u Metalografskom laboratoriju korisnik usluge dostavlja komad metalnog materijala, poluproizvod ili proizvod koji je namijenjen za ispitivanje i koji reprezentuje bitna svojstva materijala koja su predmet ispitivanja.

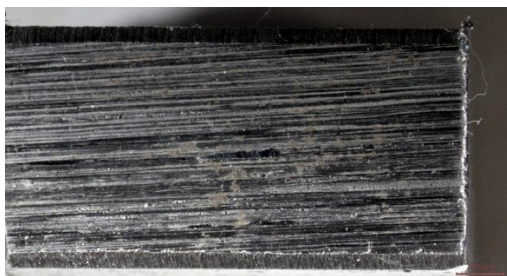
Plan uzorkovanja prema zahtjevima standard BAS EN ISO 17025:2018 [11] treba da sadrži: naziv laboratorija, datum izrade plana uzorkovanja, redni broj iz Knjige evidencije naloga (KEN), identifikacionu oznaku predmeta ispitivanja, materijal, standardnu metodu po kojoj je izvršeno uzorkovanje, broj reprezentativnih uzoraka broj i lokaciju metalografskih uzoraka, uz obavezno označavanje površine za ispitivanje, ime, prezime i potpis osoba koje su izradile, ovjerile i odobrile plan uzorkovanja, identifikaciju opreme koja je korištena prilikom pripreme metalografskih uzoraka, oznake svakog metalografskog uzorka, koje se obavezno prenose i na gotove uzorke utiskivanjem, odstupanja, dopune ili isključenja u odnosu na metodu ili plan uzorkovanja ukoliko ih ima.

Početni koraci u metalografskom ocjenjivanju proizvoda su definisanje plana uzorkovanja i površina komponenti koje trebaju biti ispitane. Standardni postupci za metalografske planove uzorkovanja omogućavaju ostvarivanje statističke pouzdanosti prilikom ispitivanja, a linije presjeka na uzorcima koji se ispituju mogu biti iscrtane bojom na površini pomoću standardnih šablona [7].

### 5.2 Priprema metalografskog uzorka

Kako bi se statističke greške svele na minimum, priprema uzorka mora biti strogo kontrolisana. Moraju se spriječiti ogrebotine, udubljenja, repovi kometa i mrlje, moraju se zadržati uključci i izbjegavati razmazivanje.

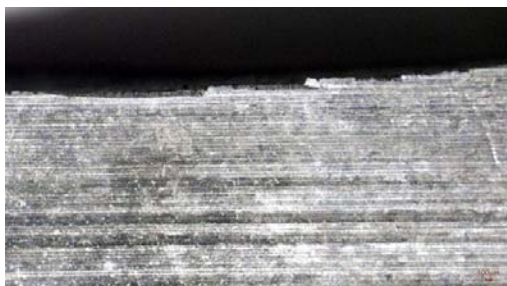
Priprema metalografskih uzoraka uključuje: rezanje, upresavanje, brušenje i poliranje. U savremeno doba rezanje se izvodi sa dijamantskim reznim pločama koje ostavljaju finu rezu površinu. Na slici 6. dat je prikaz površine rezane dijamantskom reznom pločom i površine rezane sa običnom - klasičnom reznom pločom, uzoraka od čelika i uzoraka od legure magnezija. Prilikom rezanja se mora posvetiti posebna pažnja kako se ne bi oštetile značajke koje su predmet ispitivanja. Na primjer, korištenje makaza za rezanje može dovesti do mehaničkog oštećenja osjetljive značajke, (npr. oštećenje vlakana u kompozitu) [7].#



a) rezana običnom reznom pločom, čelik



b) rezana dijamantskom reznom pločom, čelik



c) rezana običnom reznom pločom, legura Mg



d) rezana dijamantskom reznom pločom, legura Mg

*Slika 6. Rezna površina [autori]*

Upresavanje metalografskih uzoraka provodi se zbog jednostavnijeg rukovanja uzorkom u toku pripreme i ispitivanja, mogućnosti ispitivanja ruba uzorka kao i zbog efikasnije pripreme, jer su se automatski uređaji za brušenje i poliranje pokazali vrlo vrijednim alatom u metalografskom laboratoriju. Brušenje uzorka od čelika se provodi na SiC brusnom papiru gradacije od 240 do 1000. Poliranje u cilju postizanja ogledalasto sjajne površine se provodi pomoću dijamantske suspenzije i lubrikanta na platnu sa niskim upijanjem kako bi se smanjilo lijepljenje.

## 6. UZORKOVANJE KAO ZAHTJEV STANDARDA BAS EN ISO 17025:2018

Laboratorijske aktivnosti se prema tački 3. standarda BAS EN ISO 17025:2018 dijele na: uzorkovanje, ispitivanje i kalibraciju [11]. Na osnovu dobivenih rezultata ispitivanja potrebno je donijeti brojne odluke koje, u slučaju da ispitani uzorci nisu bili reprezentativni, mogu imati nesagledive posljedice. Novo izdanje standarda BAS EN ISO/IEC 17025:2018 uvodi novi zahtjev da se prilikom procjene mjerne nesigurnosti uzima i doprinos koji dolazi od uzorkovanja. Mjerna nesigurnost definisana je u mjeriteljskoj terminologiji [6, 12] kao: Parametar, povezan s rezultatom mjerenja, koji karakterizira rasipanje vrijednosti koje bi se razumno mogle pripisati mjerenoj veličini.

Mjerna nesigurnost uzorkovanja može biti procijenjena na osnovu dva paralelna uzorkovanja. Kada se od jednog uzorka dostavljenog od korisnika usluge uzmu dva paralelna uzorka, od strane dva ispitivača i kada se naprave dva ispitivanja na ta dva pripremljena uzorka.

Osnovni princip ponovljenog uzorkovanja je primjena istog postupka uzorkovanja, dva puta na istoj lokaciji zbog procjene slučajne greške mjerenja. Veći broj ponavljanja daje bolju procjenu standardne devijacije. Doprinos mjerne nesigurnosti uzorkovanja može se dodati kao relativna mjerna nesigurnost, ovisno o načinu izražavanja mjerne nesigurnosti metode [13].

## 7. ZAKLJUČAK

Postupci provjere validnosti rezultata ispitivanja uključuju sve korake unutar laboratorija, od uzorkovanja ispitnih uzoraka, provjere korištenjem certificiranih referentnih materijala, postupcima ispitivanja od strane dva ispitivača kao i učešćem u PT/ILC šemama.

Najveći uzroci nesigurnosti uzorkovanja su nehomogenost uzorka, veličina dostavljenog ispitnog uzorka, oprema kojom se vrši uzorkovanje i rukovanje uzorkom.

U akreditovanom laboratoriju moraju biti jasno definisane metode i planovi uzorkovanja koji su vezani za ispitivanja. Plan uzorkovanja treba da sadrži način odabira uzorka, pripremu i postupanje s uzorkom, koja metoda je korištena za uzorkovanje te informaciju ukoliko je došlo do određenih odstupanja od metode uzorkovanja. Plan uzorkovanja mora biti dostupan na mjestu uzorkovanja [14].

## 8. LITERATURA

- [1] Lemeš, S.: Uzorkovanje, predavanje, [https://unze.ba/20\\_Uzorkovanje](https://unze.ba/20_Uzorkovanje), dostupno septembar 2023.
- [2] Fakić, B.: Uzorkovanje i reprezentativnost uzorka, Hrvatsko mjeriteljsko društvo, Zagreb, 2021.
- [3] Fakić, B.: Ispitivanje i kvalitet proizvoda, Univerzitet u Zenici, ISBN 978-9958-617-57-72024.
- [4] G. Lyman, *A brief history of sampling*, Article in AusIMM Bulletin, 2014
- [5] <https://research-methodology.net/sampling-in-primary-data-collection/>, , dostupno oktobar 2023.
- [6] EURACHEM: Measurement uncertainty arising from sampling: A guide to methods and approaches, first edition 2007
- [7] James L. McCall, P.M. French: Metallography as a Quality Control Tool, Plenum press ISBN-13: 978-1-4613-3092-9, New York 1980.
- [8] Bruce L. Bramfitt, Arlan O. Benschoter: Metallographers guide - Practices and Procedures for Irons and Steels, ISBN 978-9958-785-35-1
- [9] Standard ASTM E 45-18a (R 2023): Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel
- [10] Standard BAS EN ISO 15614-1:2021 - Specification and qualification of welding procedures for metallic materials - Welding procedure test - Part 1: Arc and gas welding of steels and arc welding of nickel and nickel alloys
- [11] Standard BAS EN ISO/IEC 17025:2018 - Opšti zahtjevi za kompetentnost ispitnih i kalibracionih laboratorija
- [12] ISO (1993) Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM), Geneva (2nd printing 1995).
- [13] Sučić H.; Kralj M.; Santo V.; Čavar S.; Kolarić D.; Babić H.: Doprinos uzorkovanja mjernoj nesigurnosti metode, Voda i javna vodoopskrba, Poreč, 1.-4.10.2019.
- [14] Stamenković I.: Uzorkovanje, Hrvatska akreditacijska agencija, 2019.