



ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA O VÝSLEDKÁCH EXPERIMENTU SHODNOSTI

PROGRAM ZKOUŠENÍ ZPŮSOBILOSTI
ZKOUŠENÍ MALT, CEMENTŮ A JEMNOZRNNÝCH CEMENTOVÝCH
KOMPOZITŮ

ZMC 2016/1


Poskytovatel programů zkoušení způsobilosti při SZK FAST
Veveří 95, 602 00 Brno
Czech Republic

www.szk.fce.vutbr.cz

Datum vydání: 5. 1. 2017

Vedoucí PoZZ, koordinátor PrZZ

Koordinátor hodnocení výsledků PrZZ


doc. Ing. Tomáš Vymazal, Ph.D.




Ing. Petr Misák, Ph.D.

Obsah

1 Úvod a důležité kontakty	3
2 Postupy statistické analýzy experimentu shodnosti	5
2.1 Numerický postup zjišťování odlehlých hodnot	5
2.1.1 Cochranův test	5
2.1.2 Grubbsův test – jedno odlehlé pozorování	6
2.2 Mandelovy statistiky	6
2.2.1 Mezilaboratorní statistika konzistence h	6
2.2.2 Vnitrolaboratorní statistika konzistence k	6
2.3 Výpočet odhadů rozptylů	6
2.3.1 Rozptyl opakovatelnosti	6
2.3.2 Mezilaboratorní rozptyl	6
2.3.3 Rozptyl reprodukovatelnosti	7
2.4 Opakovatelnost a reprodukovatelnost	7
2.5 Vztažná hodnota	7
2.6 Výpočet statistik výkonnosti	8
3 Závěry statistické analýzy	10
3.1 ČSN EN 196-1 – Pevnost	10
3.2 ČSN EN 196-2 (čl. 7) – Stanovení ztráty žíháním	10
3.3 ČSN EN 196-2 (čl. 8) – Stanovení obsahu síranů	10
3.4 ČSN EN 196-2 (čl. 9) – Stanovení zbytku	10
3.5 ČSN EN 196-2 (čl. 10) – Stanovení zbytku	10
3.6 ČSN EN 196-2 (čl. 11) – Stanovení obsahu sulfidů	10
3.7 ČSN EN 196-3 – Doba tuhnutí č. c. k., Objemová stálost č. c. k.	10
3.8 ČSN EN 196-10 – Stanovení chromu (Cr^{6+})	10
3.9 ČSN EN 1015-1 – Zrnitost	10
3.10 ČSN EN 1015-3 – Konzistence	10
3.11 ČSN EN 1015-6 – Objemová hmotnost č. m.	10
3.12 ČSN EN 1015-10 – Objemová hmotnost z. m.	11
3.13 ČSN EN 1015-11 – Pevnost	11
3.13.1 Pevnost v tahu ohybem	11
3.13.2 Pevnost v tlaku	11
3.14 ČSN EN 1015-12 – Přídržnost	11
3.15 ČSN EN 1015-18 – Koef. kapilární absorpce (C_m)	11
3.16 ČSN EN 1015-19 – Tok vodní páry	11
3.17 ČSN EN 13892-2 – Pevnost v tahu za ohybu a tlaku	11
3.18 ČSN EN 1308 – Skluz	11
3.19 ČSN EN 1346 – Doba zavadnutí	11
3.20 ČSN EN 1348 – Přídržnost	12
Normativní dokumenty a odkazy	13
Příloha	14
1 Příloha – ČSN EN 196-1 – Pevnost	14
2 Příloha – ČSN EN 196-2 (čl. 7) – Stanovení ztráty žíháním	14
3 Příloha – ČSN EN 196-2 (čl. 8) – Stanovení obsahu síranů	14
4 Příloha – ČSN EN 196-2 (čl. 9) – Stanovení zbytku	14
5 Příloha – ČSN EN 196-2 (čl. 10) – Stanovení zbytku	14

6 Příloha – ČSN EN 196-2 (čl. 11) – Stanovení obsahu sulfidů	14
7 Příloha – ČSN EN 196-3 – Doba tuhnutí č. c. k., Objemová stálost č. c. k.	14
8 Příloha – ČSN EN 196-10 – Stanovení chrómu (Cr^{6+})	14
9 Příloha – ČSN EN 1015-1 – Zrnitost	14
10 Příloha – ČSN EN 1015-3 – Konzistence	14
11 Příloha – ČSN EN 1015-6 – Objemová hmotnost č. m.	14
12 Příloha – ČSN EN 1015-10 – Objemová hmotnost z. m.	15
12.1 Výsledky zkoušek	15
12.2 Numerické zhodnocení odlehlých hodnot	15
12.3 Mandelovy statistiky konzistence	16
12.4 Vyhodnocení výkonnosti účastníků	17
13 Příloha – ČSN EN 1015-11 – Pevnost	20
13.1 Pevnost v tahu ohybem	20
13.1.1 Výsledky zkoušek	20
13.1.2 Numerické zhodnocení odlehlých hodnot	20
13.1.3 Mandelovy statistiky konzistence	21
13.1.4 Vyhodnocení výkonnosti účastníků	22
13.2 Pevnost v tlaku	25
13.2.1 Výsledky zkoušek	25
13.2.2 Numerické zhodnocení odlehlých hodnot	25
13.2.3 Mandelovy statistiky konzistence	26
13.2.4 Vyhodnocení výkonnosti účastníků	27
14 Příloha – ČSN EN 1015-12 – Přídržnost	29
15 Příloha – ČSN EN 1015-18 – Koef. kapilární absorpce (C_m)	29
16 Příloha – ČSN EN 1015-19 – Tok vodní páry	29
17 Příloha – ČSN EN 13892-2 – Pevnost v tahu za ohybu a tlaku	30
18 Příloha – ČSN EN 1308 – Skluz	30
19 Příloha – ČSN EN 1346 – Doba zavadnutí	30
20 Příloha – ČSN EN 1348 – Přídržnost	30

1 Úvod a důležité kontakty

Na podzim roku 2016 byl Poskytovatelem zkoušení způsobilosti při SZK FAST (PoZZ) zahájen program zkoušení způsobilosti (PrZZ) s označením ZMC 2016/1, jehož cílem bylo ověřit a posoudit shodnost výsledků zkoušek malt, cementů a jemnozrnných cementových kompozitů.

Posouzení výsledků programu zkoušení způsobilosti měla na starost komise složená z následujících pracovníků PoZZ:

Vedoucí PoZZ, koordinátor PrZZ

doc. Ing. Tomáš Vymazal, Ph.D.

Vysoké učení technické v Brně

Fakulta stavební

Ústav stavebního zkušebnictví

Veveří 95, Brno 602 00

Tel.: +420 603 313 337

Email: Tomas.Vymazal@vutbr.cz

Koordinátor hodnocení výsledků PrZZ

Ing. Petr Misák, Ph.D.

Vysoké učení technické v Brně

Fakulta stavební

Ústav stavebního zkušebnictví

Veveří 95, Brno 602 00

Tel.: +420 774 980 255

Email: Petr.Misak@vutbr.cz

Předmětem zkoušení způsobilosti byly následující zkušební postupy:

1. ČSN EN 196-1 – Pevnost [1]
2. ČSN EN 196-2 (čl. 7) – Stanovení ztráty žháním [2]
3. ČSN EN 196-2 (čl. 8) – Stanovení obsahu síranů [2]
4. ČSN EN 196-2 (čl. 9) – Stanovení zbytku [2]
5. ČSN EN 196-2 (čl. 10) – Stanovení zbytku [2]
6. ČSN EN 196-2 (čl. 11) – Stanovení obsahu sulfidů [2]
7. ČSN EN 196-3 – Doba tuhnutí č. c. k., Objemová stálost č. c. k. [3]
8. ČSN EN 196-10 – Stanovení chromu ($C_{r^{6+}}$) [4]
9. ČSN EN 1015-1 – Zrnitost [5]
10. ČSN EN 1015-3 – Konzistence [6]
11. ČSN EN 1015-6 – Objemová hmotnost č. m. [7]
12. ČSN EN 1015-10 – Objemová hmotnost z. m. [8]
13. ČSN EN 1015-11 – Pevnost [9]
14. ČSN EN 1015-12 – Přídržnost [10]
15. ČSN EN 1015-18 – Koef. kapilární absorpce (C_m) [11]
16. ČSN EN 1015-19 – Tok vodní páry [12]
17. ČSN EN 13892-2 – Pevnost v tahu za ohybu a tlaku [13]
18. ČSN EN 1308 – Skluz [14]
19. ČSN EN 1346 – Doba zavadnutí [15]
20. ČSN EN 1348 – Přídržnost [16]

Zkušební postupy číslo 1 až 11 a 14 až 20 nebyly otevřeny s ohledem na nízký počet účastníků.

Výsledky zkoušek jednotlivých účastníků PrZZ jsou vzájemně porovnány metodou statistické analýzy experimentu shodnosti podle ČSN ISO 5725-2 [18] a podle ČSN EN ISO/IEC 17043 [19]. Výsledkem řešení je tato závěrečná zpráva, která shrnuje výsledky experimentu shodnosti, včetně statistického vyhodnocení.

Programu se zúčastnilo celkem 10 evropských pracovišť. Pro zachování anonymity účastníků PrZZ bylo každému pracovišti přiděleno identifikační číslo, které bude dále v tomto dokumentu používáno. Nedílnou součástí této závěrečné zprávy je osvědčení o účasti v programu zkoušení způsobilosti, které je pro každého účastníka jedinečné a je zde uvedeno ID účastníka, pod kterým vystupuje v této zprávě. V následující tabulce je znázorněna účast pracovišť v jednotlivých částech PrZZ.

Tabulka 1: Účast jednotlivých pracovišť v PrZZ (označení zkoušek dle části 1)

ID/zkouška	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1117												-	X							
1170												X	X							
1214												-	X							
1260												-	X							
1276												-	X							
1283												X	X							
1287												X	X							
1288												X	X							
1290												X	X							
1291												X	X							

Tabulka 2: Seznam účastníků – pořadí v tabulce neodpovídá identifikačnímu číslu v tabulce 1

Subjekt	Adresa	Číslo AZL
"VN ENGINEERING" Ltd	Bulgaria, Sofia, Lulin 644, Petar Goranov str.	105 LI
BETOTECH,s.r.o. pracoviště Beroun	Beroun 660	1195
NIISM, Sofia, Bulgaria	Bulgaria, 1528 Sofia, I. Beshkov Str. 1	47 LI
PI Institute for Urbanism, Civil Engineering and Ecology of Republic of Srpska	Save Mrkalja 16, 78000 Banja Luka, Republic of Srpska, Bosnia and Herzegovina	LI-79-01
Technický a zkušební ústav Praha s.p. - pobočka Teplice	Tolstého 447, 415 03 Teplice	1018.3
Technický a zkušební ústav stavební Praha, s. p., Centrální laboratoř - zkušebna České Budějovice	Nemanická 441, 370 10 České Budějovice	1018.3
Technický a zkušební ústav stavební Praha, s. p., Centrální laboratoř - zkušebna Praha	Prosecká 811/76a, 190 00 Praha 9	1018.3
TECHNICKÝ A ZKUŠEBNÍ ÚSTAV STAVEBNÍ PRAHA, s.p., Centrální laboratoř – zkušebna Brno	Hněvkovského 77, 617 00 Brno	1018.3
TZÚS Praha, zkušebna 0500 Předměřice nad Labem	Průmyslová 283, 503 02 Předměřice nad Labem	1018.3
Ústav stavebního zkušebnictví s.r.o., Pardubice	Jiřího Potůčka 115, 53009 Pardubice	1115

2 Postupy statistické analýzy experimentu shodnosti

K popisu přesnosti metod měření se využívá termínů správnost a shodnost. Správnost se týká těsnosti shody mezi aritmetickým průměrem velkého počtu výsledků zkoušek a pravou nebo přijatou referenční hodnotou. Shodnost se týká těsnosti shody mezi výsledky zkoušek. Nutnost uvažování shodnosti vzniká ze skutečnosti, že zkoušky, o nichž se předpokládá, že jsou provedeny na stejném materiálu za stejných podmínek, neposkytují obecně stejné výsledky. Příčinou jsou náhodné chyby, kterým se nelze vyhnout. Tyto chyby jsou nedílnou součástí každého zkušebního postupu a nelze je nikdy v plném rozsahu ovládat. Analýza experimentu shodnosti není zaměřena na zkoumání správnosti výsledků zkoušek, ale především na jejich shodnost. Výsledky se tedy posuzují vzájemně mezi sebou a nikoli vzhledem k nějaké referenční nebo pravdivé hodnotě.

Základem statistické analýzy je kritické zhodnocení údajů podle ČSN EN 5725-2 [18], tedy zjištění a ošetření podezřelých a odlehlých hodnot a dalších nepravidelností. Toto zhodnocení se provádí prostřednictvím Mandelových statistik (grafické zhodnocení) a především pomocí Grubbsových a Cochranových testů (numerické zhodnocení). Dalšími sledovanými statistickými parametry jsou mezilaboratorní rozptyl, rozptyl opakovatelnosti a reprodukovatelnosti a na ně navazující charakteristiky opakovatelnost a reprodukovatelnost. Výsledkem programu PrZZ je vyhodnocení výkonnosti zúčastněných laboratoří (účastníků) podle ČSN EN ISO/IEC 17043 [19], které se skládá z určení vztažných hodnot a jejich nejistot a následného porovnání s výsledky zkoušek účastníků PrZZ.

Předpokladem pro použití těchto metod je jednovrcholové rozdělení pravděpodobnosti naměřených dat. Dále označme p počet účastnících se laboratoří označených indexem $i = 1, \dots, p$, z nichž každá provedla n zkoušek.

2.1 Numerický postup zjišťování odlehlých hodnot

Ke zjišťování odlehlých hodnot se používají dva základní statistické testy. Prvním z nich je Cochranův test, který je testem vnitrolaboratorní variability (je-li počet měření jedné veličiny v jedné laboratoři > 2) a používá se jako první. Pokud tento test označí výsledky jedné z laboratoří jako odlehlé, musí se laboratoř vyřadit a test zopakovat. Druhý test (Grubbsův) je předně testem mezilaboratorní variability a lze ho rovněž použít, když Cochranův test vzbudí podezření, zda vysoké vnitrolaboratorní rozptýlení lze připsat na vrub pouze jednoho z výsledků zkoušek. Oba tyto testy předpokládají vyváženost experimentu, tedy mělo by platit, že počet zkoušek v jedné laboratoři pro stanovení jedné veličiny je konstantní.

Při zjišťování vybočujících nebo odlehlých hodnot mohou nastat tři případy:

- Je-li testová statistika menší než 5% kritická hodnota nebo je-li této hodnotě rovna, považuje se testovaná entita za správnou;
- Je-li testová statistika větší než 5% kritická hodnota a menší než 1% kritická hodnota nebo je-li této hodnotě rovna, nazve se testovaná entita **vybočující**;
- Je-li testová statistika větší než 1% kritická hodnota, nazve se testovaná entita **odlehlou** hodnotou.

2.1.1 Cochranův test

Cochranova statistika C je dána vztahem

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

kde s_{\max} je největší výběrová směrodatná odchylka, s_i jsou výběrové směrodatné odchylky stanovené na základě výsledků ve všech laboratořích a p je počet účastnících se laboratoří v experimentu.

Výběrová směrodatná odchylka se stanovuje ze vztahu

$$s_i = \sqrt{\frac{1}{n_i - 1} \sum_{k=1}^{n_i} (y_k - \bar{y})^2}, \quad (2)$$

kde n_i je počet výsledků zkoušek stanovení jedné veličiny v i -té laboratoři, y_k je k -tá hodnota a \bar{y}_i je aritmetický průměr hodnot změřených v i -té laboratoři. Jsou-li pro sledovanou veličinu naměřeny pouze dva výsledky, je možné použít zjednodušeného vztahu

$$s_i = \frac{|y_1 - y_2|}{\sqrt{2}}. \quad (3)$$

2.1.2 Grubbsův test – jedno odlehlé pozorování

Z dané množiny údajů x_i pro $i = 1, 2, \dots, p$, uspořádané vzestupně podle velikosti, se pro určení použitím Grubbsova testu, zda je největší pozorování odlehlou hodnotou, vypočte Grubbsova statistika G_p

$$G_p = \frac{x_p - \bar{x}}{s}, \quad (4)$$

přičemž \bar{x} je aritmetický průměr sledovaného znaku. Sledovaným znakem může být průměrná hodnota určované veličiny v rámci laboratoře. Dále je s výběrová směrodatná odchylka sledovaného znaku, tedy v tomto případě směrodatná odchylka počítána přes všechny laboratoře.

Pro test významnosti nejmenšího pozorování se vypočte testová statistika

$$G_p = \frac{\bar{x} - x_p}{s}. \quad (5)$$

2.2 Mandelovy statistiky

Pro zjišťování konzistence dat se použily dvě míry, nazývané Mandelovy statistiky h a k . Běžně se tyto míry používají pro grafické hodnocení laboratoří podobně jako popis variability.

2.2.1 Mezilaboratorní statistika konzistence h

Pro každou laboratoř se vyhodnotila mezilaboratorní statistika konzistence h podle vzorce

$$h_i = \frac{\bar{y}_i - \bar{\bar{y}}}{\sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{j=1}^p (\bar{y}_j - \bar{\bar{y}})^2}}. \quad (6)$$

2.2.2 Vnitrolaboratorní statistika konzistence k

Vnitrolaboratorní statistika konzistence k se vypočítá podle vztahu

$$k_i = \frac{s_i \sqrt{p}}{\sqrt{\sum_{i=1}^p s_i^2}}. \quad (7)$$

kde s_i je výběrová směrodatná odchylka hodnot naměřených v i -té laboratoři. Stejně jako statistika h se hodnoty k vynášejí do grafů. Prohlídka grafů hodnot h a k může naznačovat, že u určitých laboratoří se ukazuje podstatně odlišné uspořádání výsledků než u ostatních studovaných laboratoří. Je to důsledkem trvale velkého a/nebo malého rozptylu výsledků nebo extrémních průměrů výsledků napříč úrovněmi.

2.3 Výpočet odhadů rozptylů

Po vyřazení odlehlých hodnot (laboratoří) je možné přikročit k výpočtu základních charakteristik variability, a to rozptylu opakovatelnosti, mezilaboratorního rozptylu a rozptylu reprodukovatelnosti. Tyto charakteristiky se uvádějí ve formě směrodatných odchylek, tedy po odmocnění. Výhodou je stejný fyzikální rozměr charakteristiky variability a sledované veličiny.

2.3.1 Rozptyl opakovatelnosti

$$s_r^2 = \frac{\sum_{i=1}^p (n_i - 1) s_i^2}{\sum_{i=1}^p (n_i - 1)} \quad (8)$$

2.3.2 Mezilaboratorní rozptyl

$$s_L^2 = \frac{s_d^2 - s_r^2}{\bar{n}}, \quad (9)$$

kde

$$s_d^2 = \frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p n_i (\bar{y}_i - \bar{y})^2 \quad (10)$$

a

$$\bar{n} = \frac{1}{p-1} \left[\sum_{i=1}^p n_i - \frac{\sum_{i=1}^p n_i^2}{\sum_{i=1}^p n_i} \right]. \quad (11)$$

2.3.3 Rozptyl reprodukovatelnosti

$$s_R^2 = s_r^2 + s_L^2, \quad (12)$$

kde s_r^2 je rozptyl opakovatelnosti a s_L^2 je mezilaboratorní rozptyl.

2.4 Opakovatelnost a reprodukovatelnost

Opakovatelnost vyjadřuje, že rozdíl mezi dvěma výsledky zkoušek z téhož vzorku, provedených stejným pracovníkem, na tomtéž zařízení, v nejkratším možném časovém intervalu nebude překračovat hodnotu opakovatelnosti r v průměru ne více než jednou ve 20 případech při běžném a správném provádění metody.

Hodnota opakovatelnosti je vyjádřena vztahem

$$r = 2,8s_r, \quad (13)$$

kde $s_r = \sqrt{s_r^2}$ je směrodatná odchylka opakovatelnosti.

Reprodukovatelnost vyjadřuje, že výsledky zkoušek na tomtéž vzorku, získané v nejkratším možném časovém intervalu dvěma pracovníky, kteří použili každý své zařízení, se nebudou lišit hodnotou reprodukovatelnosti R v průměru ne více než jednou ve 20 případech při běžném a správném provádění metody.

Hodnota reprodukovatelnosti je vyjádřena vztahem

$$R = 2,8s_R, \quad (14)$$

kde $s_R = \sqrt{s_R^2}$ je směrodatná odchylka reprodukovatelnosti.

2.5 Vztažná hodnota

PoZZ zajistí stanovení vztažné hodnoty X a její nejistoty pro každý PrZZ. Vztažné hodnoty jsou vždy účastníkům PrZZ sdělovány až po dodání výsledků PrZZ a to tak, aby účastníci nemohli získat žádnou výhodu z jejich předčasného zveřejnění.

Vztažné hodnoty PoZZ stanovuje jako konsenzuální hodnotu účastníků podle přílohy B normy ČSN EN ISO/IEC 17043 [19] za použití statistických metod popsanych v ISO 13528 [20] a ČSN ISO 5725-5 [21]. Vztažná hodnota X je tedy určena jako robustní odhad hodnoty průměru x^* (**Algoritmus A** uvedený v [20] a [21]).

Vypočtou se počáteční hodnoty x^* a s^* (robustní směrodatná odchylka) jako

$$x^* = \text{medián } x_i, \quad (15)$$

$$s^* = 1,483 \cdot \text{medián } |x_i - x^*|, \quad (16)$$

kde $i = 1, \dots, p$. Hodnoty x^* a s^* se upraví následovně. Vypočte se $\varphi = 1,5 \cdot s^*$. Pro každou hodnotu x_i se vypočte

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \varphi & \text{jestliže } x_i < x^* - \varphi, \\ x^* + \varphi & \text{jestliže } x_i > x^* + \varphi, \\ x_i & \text{v ostatních případech.} \end{cases} \quad (17)$$

Vypočtou se nové hodnoty x^* a s^* ze vztahu

$$x^* = \sum_{i=1}^p \frac{x_i^*}{p}, \quad (18)$$

a

$$s^* = 1,134 \cdot \sqrt{\sum_{i=1}^p \frac{(x_i^* - x^*)^2}{p-1}}. \quad (19)$$

Robustní odhady se odvozují iterací, dokud nejsou změny odhadů od jednoho výpočtu k dalšímu malé. Standardní nejistota u_X takto stanovené vztažné hodnoty se určuje podle vztahu

$$u_X = 1,25 \frac{s^*}{\sqrt{p}}. \quad (20)$$

V případě malého počtu účastníků PrZZ stanovuje PoZZ vztažné hodnoty jako konsenzuální hodnoty získané od expertních účastníků, kteří prokázali kompetenci ke stanovení měřené veličiny, která je předmětem zkoušky.

Při nízkém počtu účastníků ($4 \leq p \leq 20$) může PoZZ dále zvážit využití tzv. **Hornova postupu** pro stanovení vztažných hodnot. Tento postup spočívá ve stanovení tzv. pivotů, na jejichž základě se určí odhad polohy a variability. Nejdříve se provede vzestupné seřazení posuzovaných dat. Dolní pivot se poté určí ze vztahu

$$x_D = x_{(H)}, \quad (21)$$

kde H je pořadový index daný rovnicí $H = \frac{\text{int}(\frac{p+1}{2})}{2}$ nebo $H = \frac{\text{int}(\frac{p+1}{2} + 1)}{2}$.
Horní pivot se poté určí ze vztahu

$$x_H = x_{p+1-H}. \quad (22)$$

Vztažná hodnota je prostřednictvím Hornova postupu určena jako odhad polohy, tedy tzv. pivotová polosuma

$$x^* = \frac{x_D + x_H}{2}. \quad (23)$$

Odhad variability se stanovuje jako tzv. pivotové rozpětí

$$R_L = x_H - x_D \quad (24)$$

a nejistota takto určené vztažné hodnoty jako 95% intervalový odhad střední hodnoty

$$u_X = R_L t_{L;0,95}(p), \quad (25)$$

kde $t_{L;0,95}(p)$ je $(1 - \alpha)$ kvantil rozdělení T_L s p stupni volnosti.

2.6 Výpočet statistik výkonnosti

Výsledky zkoušek se musí pro interpretaci a porovnání se stanovenými cíli převést na tzv. výkonnostní statistiky. Účelem je vyjádřit odchylku od vztažné hodnoty takovým způsobem, který umožňuje porovnání s kritérii výkonnosti. Podle normy ČSN EN ISO/IEC 17043 [19] se výkonnost účastníků se pracovišť hodnotí podle tzv. z-score a ζ -score (zeta-score).

Pro každou neodlehlou laboratoř se z-score vypočte podle vztahu

$$z_i = \frac{|\bar{x}_i - x^*|}{s^*}. \quad (26)$$

ζ -score (zeta-score) se vypočítá pomocí rovnice

$$\zeta_i = \frac{|\bar{x}_i - x^*|}{\sqrt{u_i^2 + u_X^2}}, \quad (27)$$

kde u_i je standardní kombinovaná nejistota i -té laboratoře. Standardní kombinované nejistoty měření lze získat podělením rozšířené nejistoty U koeficientem rozšíření k , který má pro normální rozdělení pravděpodobnosti hodnotu

$k = 2$. Pokud účastník neuvedl rozšířenou nejistotu měření na záznamovém listu výsledků zkoušek, není možné ζ -score určit. Více o nejistotách měření lze nalézt v dokumentu [22].

Pro z-score a ζ -score (pro jednoduchost je uvedeno pouze z-score) platí následující stupnice:

$$z\text{-score} = \begin{cases} |z| \leq 2 & \text{ukazuje, že výkonnost laboratoře je } \mathbf{vyhovující}, \\ 2 \leq |z| \leq 3 & \text{ukazuje, že výkonnost laboratoře je } \mathbf{problematická} \text{ a vytváří varovný podnět,} \\ 3 \leq |z| & \text{ukazuje, že výkonnost laboratoře je } \mathbf{nevyhovující} \text{ a vytváří podnět k akci.} \end{cases} \quad (28)$$

3 Závěry statistické analýzy

Předložená zpráva shrnuje výsledky programu zkoušení způsobilosti ZMC 2016/1 (PrZZ) pořádaného Poskytovatelem zkoušení způsobilosti při SZK FAST (Ústav stavebního zkušebnictví Fakulty stavební VUT v Brně). PrZZ se zúčastnilo celkem 10 evropských pracovišť. Program byl zaměřen na běžné normalizované zkoušky malt, cementů a jemnozrnných cementových kompozitů. Výsledky zkoušek jsou hodnoceny samostatně pro každý sledovaný zkušební postup. Vyhodnocené statistické charakteristiky, výsledky testů a grafické znázornění jsou součástí přílohy této zprávy.

Nejdůležitějším výstupem PrZZ jsou tzv. z-score a ζ -score (zeta-score). Tyto charakteristiky hodnotí výkonnost jednotlivých účastníků porovnáním se vztažnou hodnotou a nejistotami měření. Vztažná hodnota a její nejistota byla určena podle postupů uvedených v 2.6. z-score a ζ -score jsou porovnány s limitními hodnotami (viz část 2.6). Výsledné hodnoty ζ -score nejsou brány v potaz při výsledném vyhodnocení výkonnosti účastníků, neboť jsou do značné míry závislé na hodnotách nejistot měření.

3.1 ČSN EN 196-1 – Pevnost

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.2 ČSN EN 196-2 (čl. 7) – Stanovení ztráty žíháním

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.3 ČSN EN 196-2 (čl. 8) – Stanovení obsahu síranů

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.4 ČSN EN 196-2 (čl. 9) – Stanovení zbytku

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.5 ČSN EN 196-2 (čl. 10) – Stanovení zbytku

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.6 ČSN EN 196-2 (čl. 11) – Stanovení obsahu sulfidů

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.7 ČSN EN 196-3 – Doba tuhnutí č. c. k., Objemová stálost č. c. k.

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.8 ČSN EN 196-10 – Stanovení chromu (Cr^{6+})

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.9 ČSN EN 1015-1 – Zrnitost

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.10 ČSN EN 1015-3 – Konzistence

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.11 ČSN EN 1015-6 – Objemová hmotnost č. m.

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.12 ČSN EN 1015-10 – Objemová hmotnost z. m.

Výsledky zkoušek společně s grafickým znázorněním a vyhodnocenými statistickými charakteristikami jsou uvedeny v části 12 přílohy. Numerické ani grafické kritické zhodnocení údajů neukázalo překročení žádné kritické hodnoty. Žádný z účastníků tedy nebyl z experimentu vyřazen.

Vztažná hodnota a její nejistota byla stanovena na základě algoritmu A (ISO 13258 [20]). Na základě této analýzy lze prohlásit, že výsledky všech účastníků nepřekročily limitní hodnotu $z\text{-score} = 2$ a proto lze jejich výkonnost označit jako **vyhovující**.

3.13 ČSN EN 1015-11 – Pevnost

Výsledky zkoušek společně s grafickým znázorněním a vyhodnocenými statistickými charakteristikami jsou uvedeny v části 13 přílohy.

3.13.1 Pevnost v tahu ohybem

Grafické zjištění konzistence laboratoří (Mandelovy statistiky) ukázalo několik překročení kritických hodnot statistik konzistence (viz příloha). Překročení kritických hodnot Mandelových statistik nenaznačuje, že výsledky laboratoří jsou špatné. Pouze poukazuje na drobné nesrovnalosti. Numerické kritické zhodnocení údajů (Grubbsův a Cochranův test) neukázalo překročení žádné kritické hodnoty. Žádný z účastníků tedy nebyl z experimentu vyřazen.

Vztažná hodnota a její nejistota byla stanovena na základě algoritmu A (ISO 13258 [20]). K překročení limitní hodnoty $z\text{-score} = 2$ došlo v případě účastníka č. **1283**. Výkonnost tohoto účastníka je tedy označena jako **problematická**. Výsledky všech ostatních účastníků nepřekročily limitní hodnotu $z\text{-score} = 2$ a proto lze jejich výkonnost označit jako **vyhovující**.

3.13.2 Pevnost v tlaku

Numerické ani grafické kritické zhodnocení údajů neukázalo překročení žádné kritické hodnoty. Žádný z účastníků tedy nebyl z experimentu vyřazen.

Vztažná hodnota a její nejistota byla stanovena na základě algoritmu A (ISO 13258 [20]). Na základě této analýzy lze prohlásit, že výsledky všech účastníků nepřekročily limitní hodnotu $z\text{-score} = 2$ a proto lze jejich výkonnost označit jako **vyhovující**.

3.14 ČSN EN 1015-12 – Přídržnost

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.15 ČSN EN 1015-18 – Koef. kapilární absorpce (C_m)

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.16 ČSN EN 1015-19 – Tok vodní páry

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.17 ČSN EN 13892-2 – Pevnost v tahu za ohybu a tlaku

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.18 ČSN EN 1308 – Skluz

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.19 ČSN EN 1346 – Doba zavadnutí

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3.20 ČSN EN 1348 – Přídržnost

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

Odkazy

- [1] ČSN EN 196-1. *Metody zkoušení cementu - Část 1: Stanovení pevnosti*. 2016.
- [2] ČSN EN 196-2. *Metody zkoušení cementu - Část 2: Chemický rozbor cementu*. 2013.
- [3] ČSN EN 196-3. *Metody zkoušení cementu - Část 3: Stanovení dob tuhnutí a objemové stálosti*. 2009.
- [4] ČSN EN 196-10. *Metody zkoušení cementu - Část 10: Stanovení obsahu ve vodě rozpustného chrómu (Cr6+) v cementu*. 2006.
- [5] ČSN EN 1015-1. *Zkušební metody malt pro zdivo - Část 1: Stanovení zrnitosti (sítovým rozbořem)*. 1999.
- [6] ČSN EN 1015-3. *Zkušební metody malt pro zdivo - Část 3: Stanovení konzistence čerstvé malty (s použitím střešacího stolku)*. 2000.
- [7] ČSN EN 1015-6. *Zkušební metody malt pro zdivo - Část 6: Stanovení objemové hmotnosti čerstvé malty*. 1999.
- [8] ČSN EN 1015-10. *Zkušební metody malt pro zdivo - Část 10: Stanovení objemové hmotnosti suché zatvrdlé malty*. 2000.
- [9] ČSN EN 1015-11. *Zkušební metody malt pro zdivo - Část 11: Stanovení pevnosti zatvrdlých malt v tahu za ohybu a v tlaku*. 2000.
- [10] ČSN EN 1015-12. *Zkušební metody malt pro zdivo - Část 12: Stanovení přídržnosti zatvrdlých malt pro vnitřní a vnější omítky k podkladu*. 2000.
- [11] ČSN EN 1015-18. *Zkušební metody malt pro zdivo - Část 18: Stanovení koeficientu kapilární absorpce vody v zatvrdlé maltě*. 2003.
- [12] ČSN EN 1015-19. *Zkušební metody malt pro zdivo - Část 19: Stanovení propustnosti vodních par zatvrdlými maltami pro vnitřní a vnější omítky*. 1999.
- [13] ČSN EN 13892-2. *Zkušební metody potěrových materiálů - Část 2: Stanovení pevnosti v tahu za ohybu a pevnosti v tlaku*. 2003.
- [14] ČSN EN 1308. *Malty a lepidla pro keramické obkladové prvky - Stanovení skluzu*. 2008.
- [15] ČSN EN 1346. *Malty a lepidla pro keramické obkladové prvky - Stanovení doby zavaznutí*. 2008.
- [16] ČSN EN 1348. *Malty a lepidla pro keramické obkladové prvky - Stanovení přídržnosti cementových malt tahovou zkouškou*. 2008.
- [17] ČSN EN 206. *Beton - Specifikace, vlastnosti, výroba a shoda*. 2014.
- [18] ČSN ISO 5725-2. *Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 1: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření*. 1997.
- [19] ČSN EN ISO/IEC 17043. *Posuzování shody - Všeobecné požadavky na zkoušení způsobilosti*. 2010.
- [20] ISO 13 528. *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*. 2005.
- [21] ČSN ISO 5725-5. *Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření – Část 5: Alternativní metody pro stanovení shodnosti normalizované metody měření*. 1999.
- [22] EA 4/02. *Vyjadřování nejistot měření při kalibracích*. 2000.

1 Příloha – ČSN EN 196-1 – Pevnost

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

2 Příloha – ČSN EN 196-2 (čl. 7) – Stanovení ztráty žháním

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

3 Příloha – ČSN EN 196-2 (čl. 8) – Stanovení obsahu síranů

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

4 Příloha – ČSN EN 196-2 (čl. 9) – Stanovení zbytku

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

5 Příloha – ČSN EN 196-2 (čl. 10) – Stanovení zbytku

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

6 Příloha – ČSN EN 196-2 (čl. 11) – Stanovení obsahu sulfidů

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

7 Příloha – ČSN EN 196-3 – Doba tuhnutí č. c. k., Objemová stálost č. c. k.

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

8 Příloha – ČSN EN 196-10 – Stanovení chromu (Cr^{6+})

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

9 Příloha – ČSN EN 1015-1 – Zrnitost

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

10 Příloha – ČSN EN 1015-3 – Konzistence

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

11 Příloha – ČSN EN 1015-6 – Objemová hmotnost č. m.

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

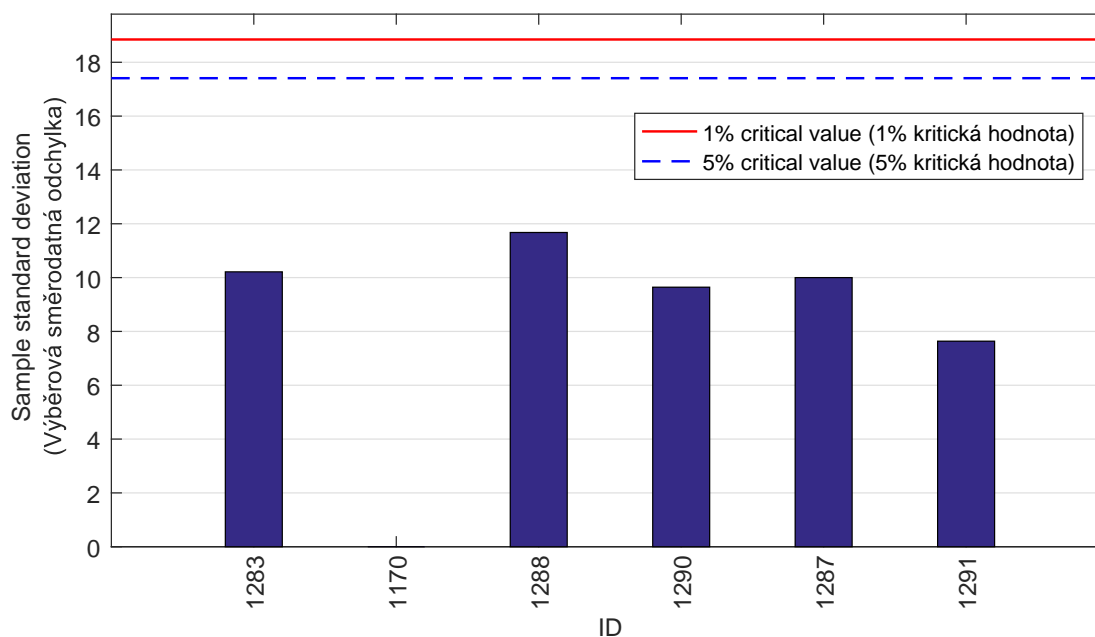
12 Příloha – ČSN EN 1015-10 – Objemová hmotnost z. m.

12.1 Výsledky zkoušek

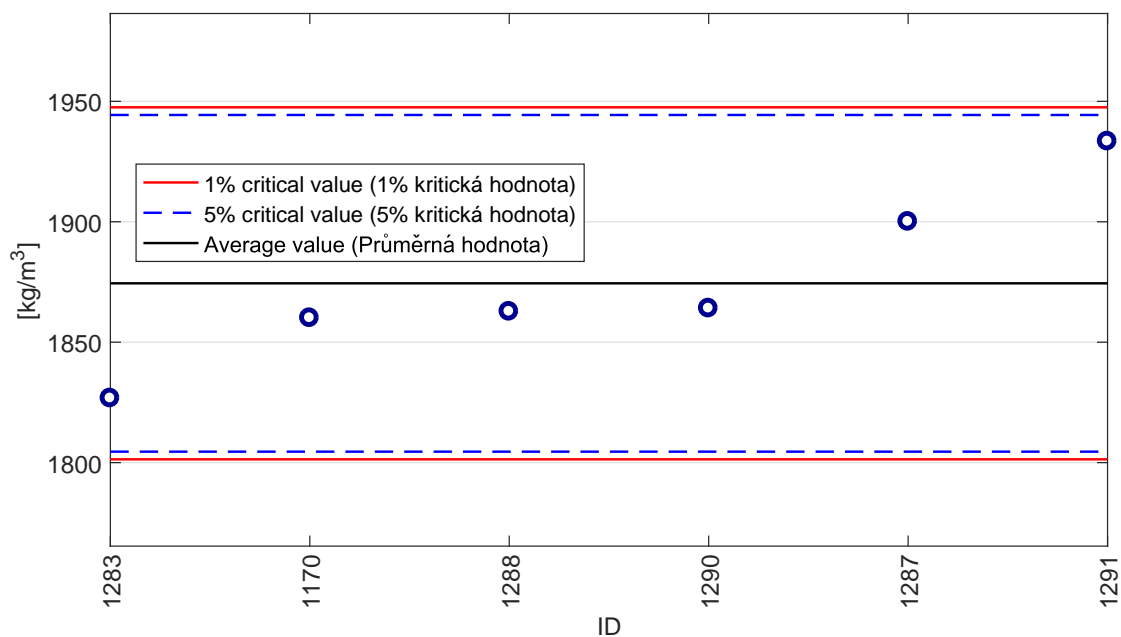
Tabulka 3: Výsledky zkoušek - seřazené podle průměrné hodnoty. Odlehlé hodnoty jsou vyznačeny hvězdičkou. u_X - rozšířená nejistota účastníka; \bar{x} - aritmetický průměr; s_0 - výběrová směrodatná odchylka; V_X - variační koeficient

ID účastníka	Výsledky zkoušek [kg/m ³]			u_X [kg/m ³]	\bar{x} [kg/m ³]	s_0 [kg/m ³]	V_X [%]
1283	1834	1815	1831	0	1827	10	0.56
1170	1860	1860	1860	10	1860	0	0.00
1288	1850	1873	1865	50	1863	12	0.63
1290	1868	1871	1853	50	1864	10	0.52
1287	1900	1910	1890	35	1900	10	0.53
1291	1925	1935	1940	30	1933	8	0.40

12.2 Numerické zhodnocení odlehlých hodnot

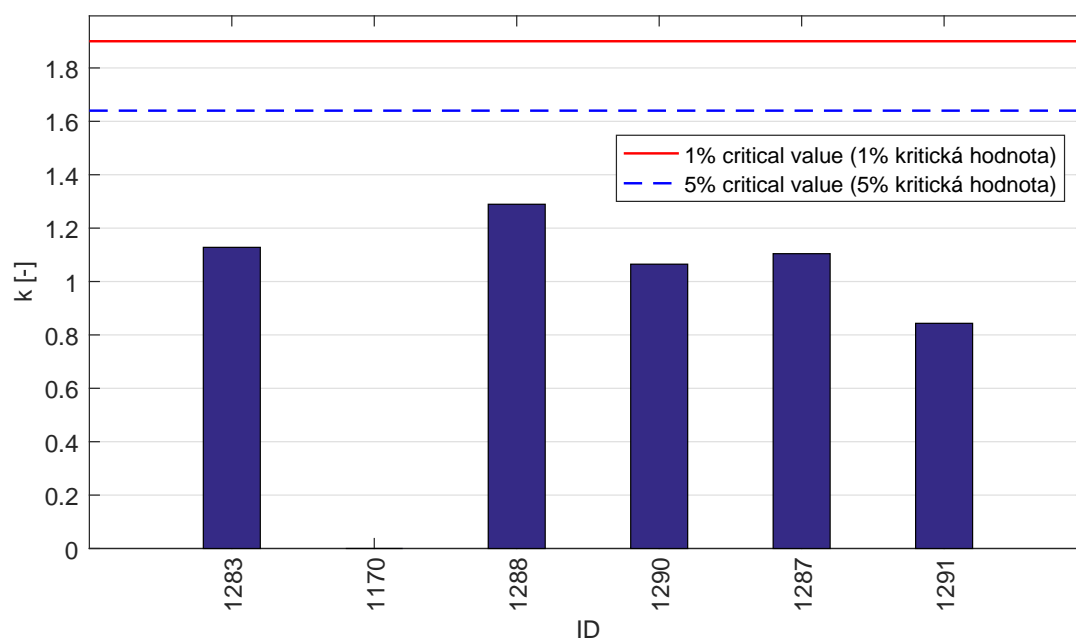


Obrázek 1: **Cochranův test** - graf výběrových směrodatných odchylek: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

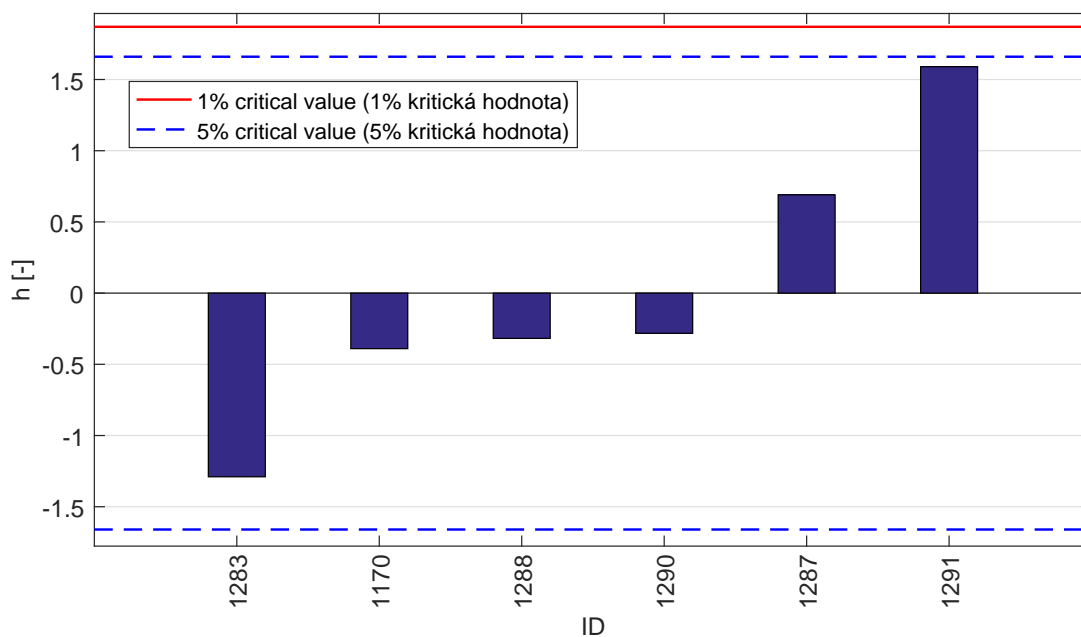


Obrázek 2: **Grubbsův test** - graf průměrných hodnot: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

12.3 Mandelovy statistiky konzistence

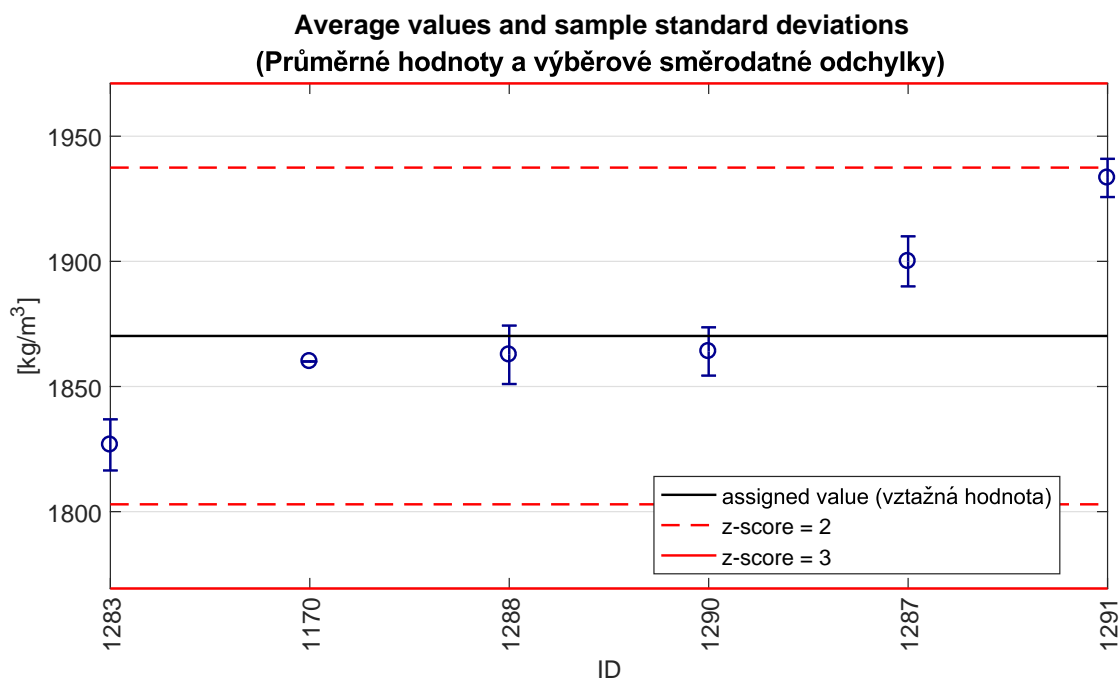


Obrázek 3: Vnitrolaboratorní statistika konzistence: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

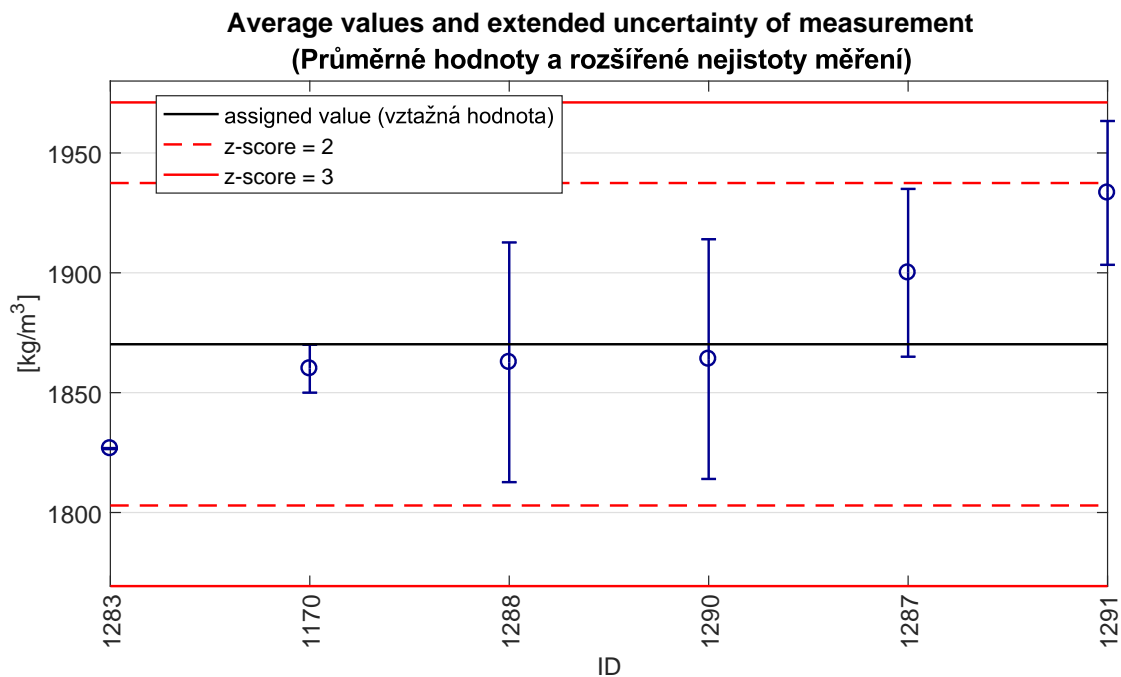


Obrázek 4: Mezilaboratorní statistika konzistence: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

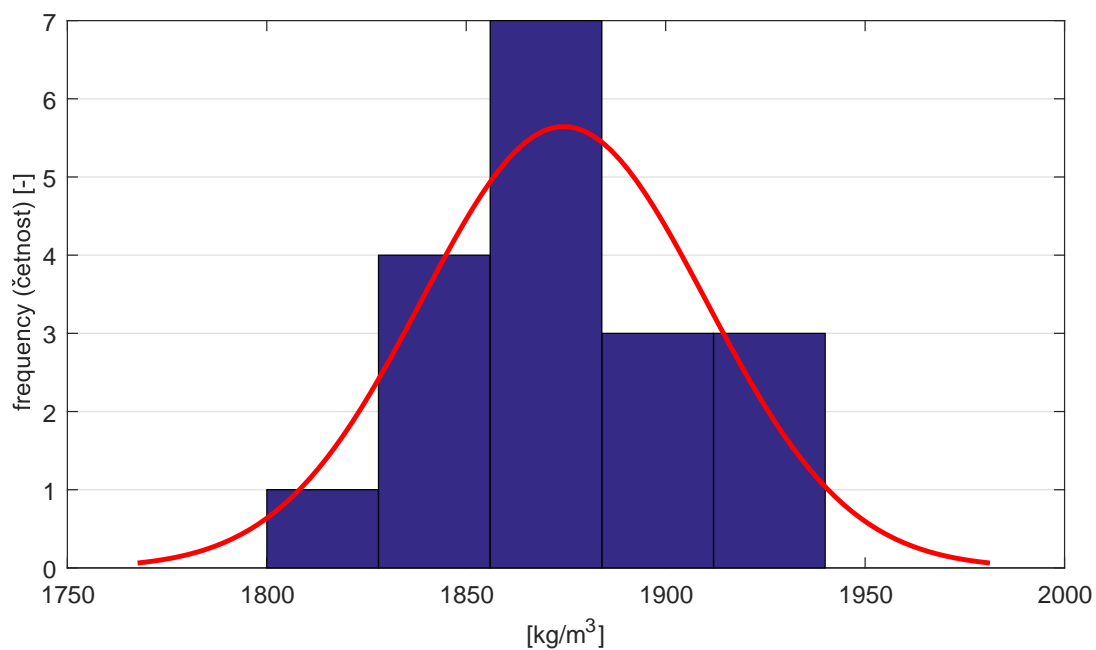
12.4 Vyhodnocení výkonnosti účastníků



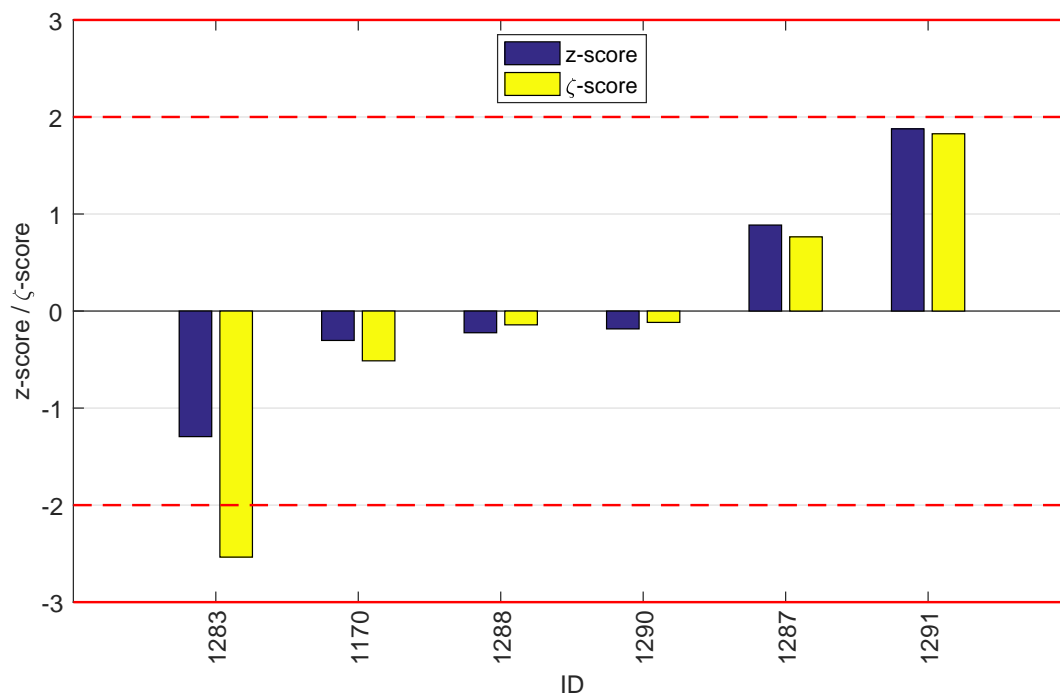
Obrázek 5: Graf průměrných hodnot výsledků zkoušek a výběrových směrodatných odchylek



Obrázek 6: Graf průměrných hodnot výsledků zkoušek a rozšířených nejistot měření



Obrázek 7: Histogram všech výsledků zkoušek



Obrázek 8: z-score a ζ-score

Tabulka 4: Výsledné hodnoty z-score a ζ-score

ID	z-score [-]	ζ-score [-]
1283	-1.29	-2.54
1170	-0.30	-0.51
1288	-0.22	-0.14
1290	-0.18	-0.12
1287	0.89	0.76
1291	1.88	1.83

13 Příloha – ČSN EN 1015-11 – Pevnost

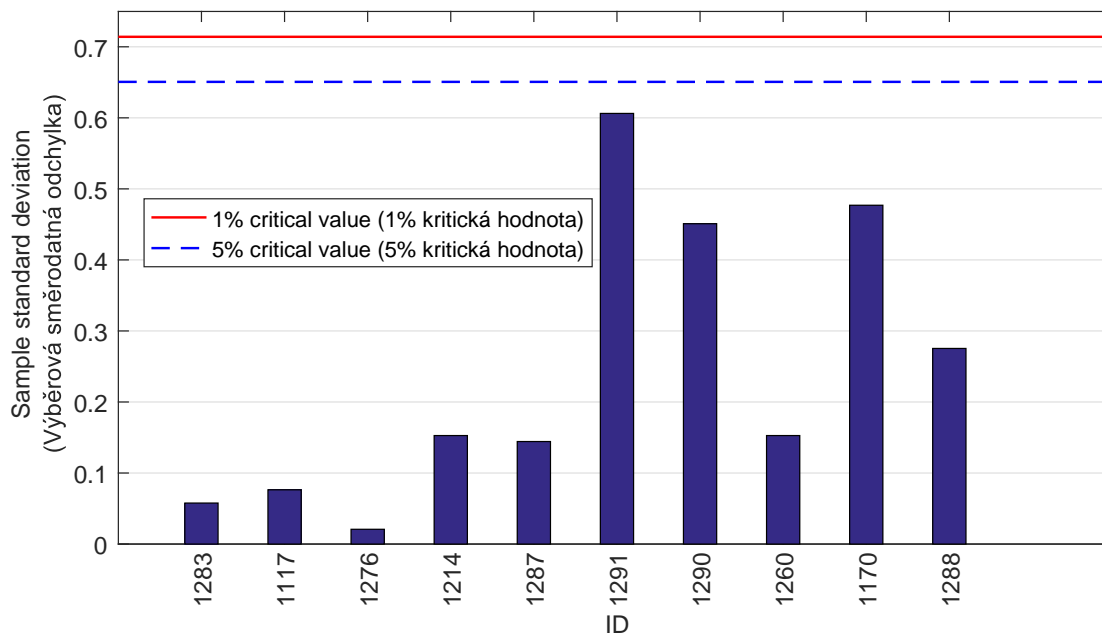
13.1 Pevnost v tahu ohybem

13.1.1 Výsledky zkoušek

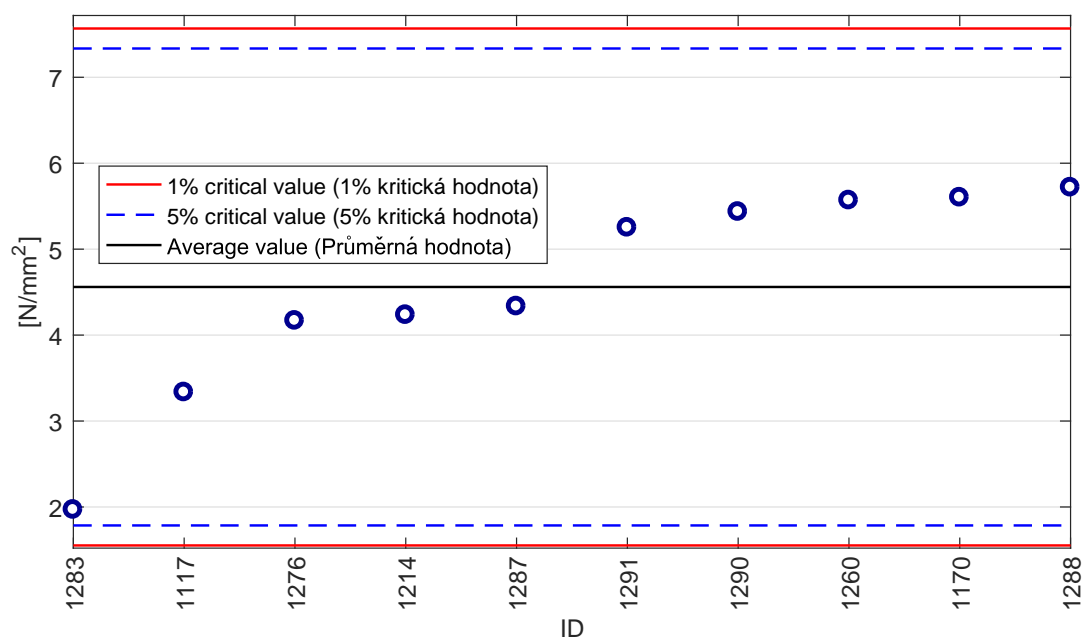
Tabulka 5: Výsledky zkoušek - seřazené podle průměrné hodnoty. Odlehlé hodnoty jsou vyznačeny hvězdičkou. u_X - rozšířená nejistota účastníka; \bar{x} - aritmetický průměr; s_0 - výběrová směrodatná odchylka; V_X - variační koeficient

ID účastníka	Výsledky zkoušek [N/mm ²]			u_X [N/mm ²]	\bar{x} [N/mm ²]	s_0 [N/mm ²]	V_X [%]
1283	2.00	1.90	2.00	0.00	1.97	0.06	2.94
1117	3.25	3.40	3.35	0.17	3.33	0.08	2.29
1276	4.15	4.16	4.19	0.12	4.17	0.02	0.50
1214	4.10	4.20	4.40	0.40	4.23	0.15	3.61
1287	4.25	4.25	4.50	0.51	4.33	0.14	3.33
1291	5.90	5.15	4.70	0.70	5.25	0.61	11.55
1290	5.40	5.90	5.00	0.50	5.43	0.45	8.30
1260	5.70	5.60	5.40	0.30	5.57	0.15	2.74
1170	5.15	6.10	5.55	0.65	5.60	0.48	8.52
1288	5.70	5.45	6.00	0.50	5.72	0.28	4.82

13.1.2 Numerické zhodnocení odlehlých hodnot

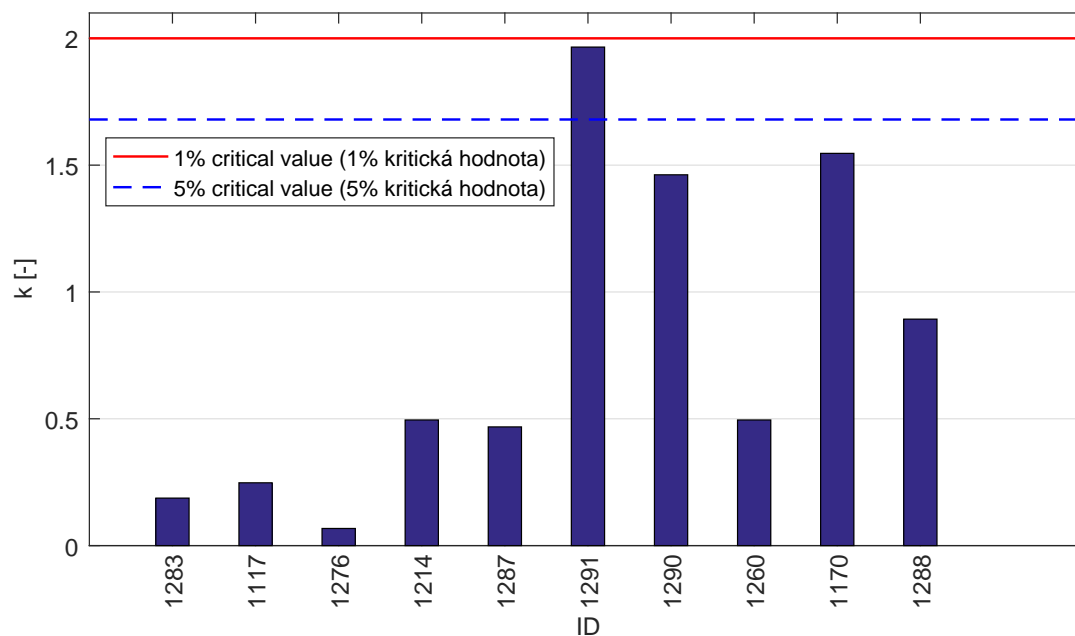


Obrázek 9: **Cochranův test** - graf výběrových směrodatných odchylek: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

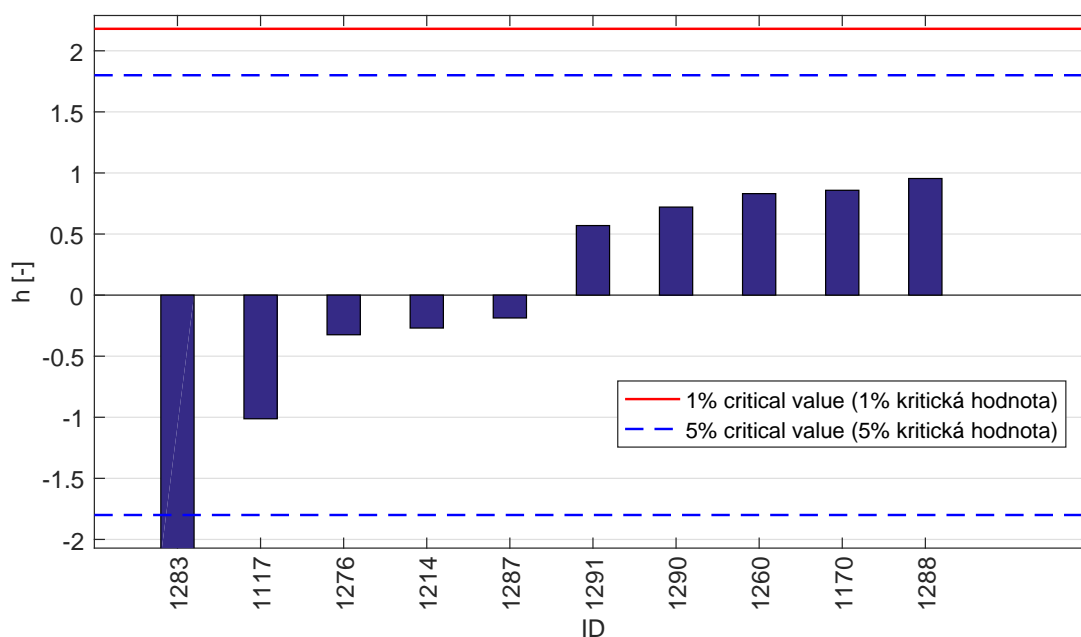


Obrázek 10: **Grubbsův test** - graf průměrných hodnot: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

13.1.3 Mandelovy statistiky konzistence

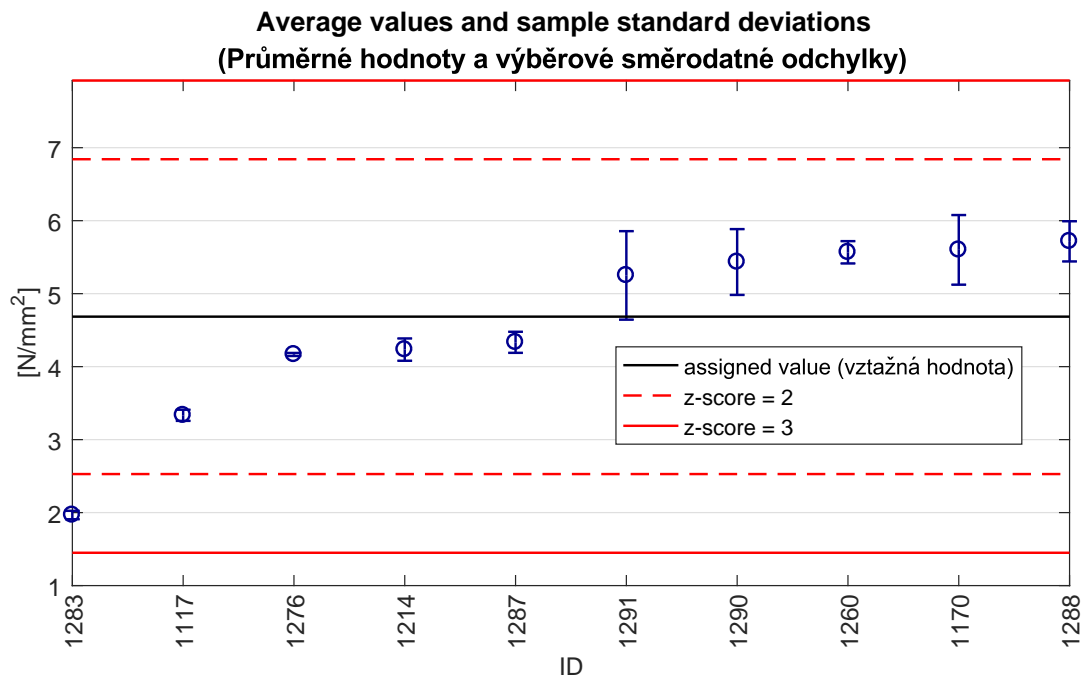


Obrázek 11: Vnitrolaboratorní statistika konzistence: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

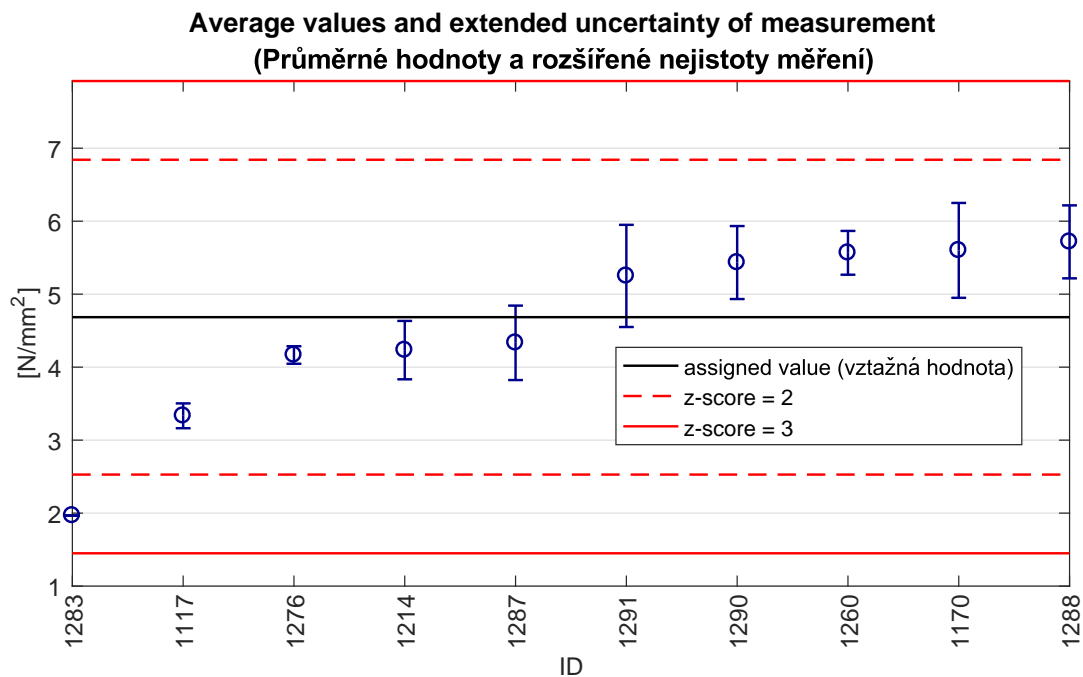


Obrázek 12: Mezilaboratorní statistika konzistence: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

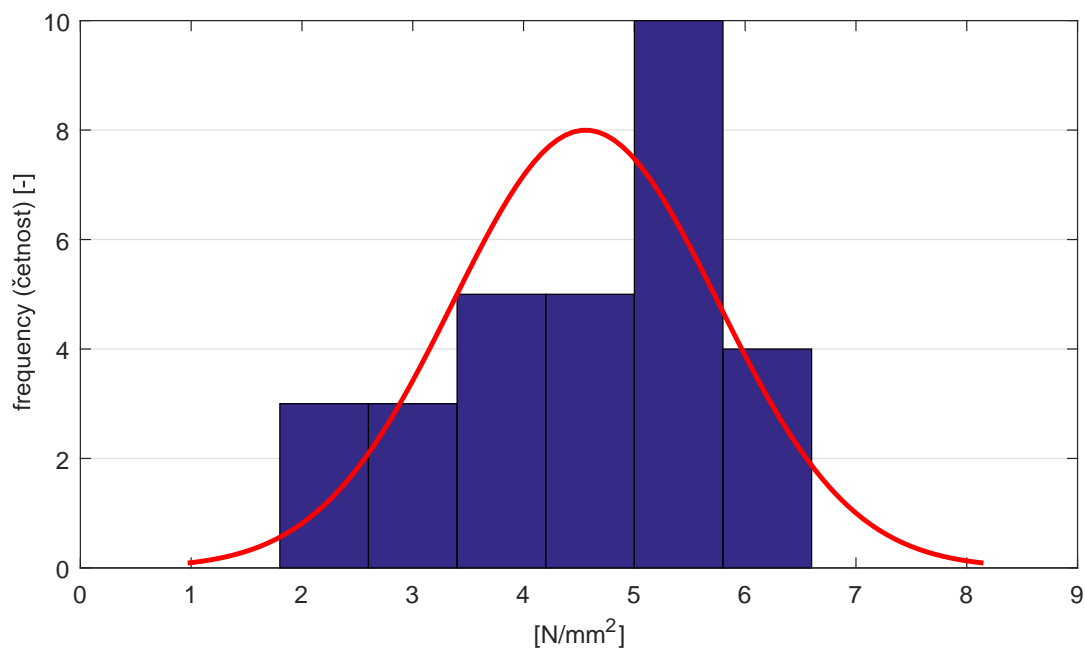
13.1.4 Vyhodnocení výkonnosti účastníků



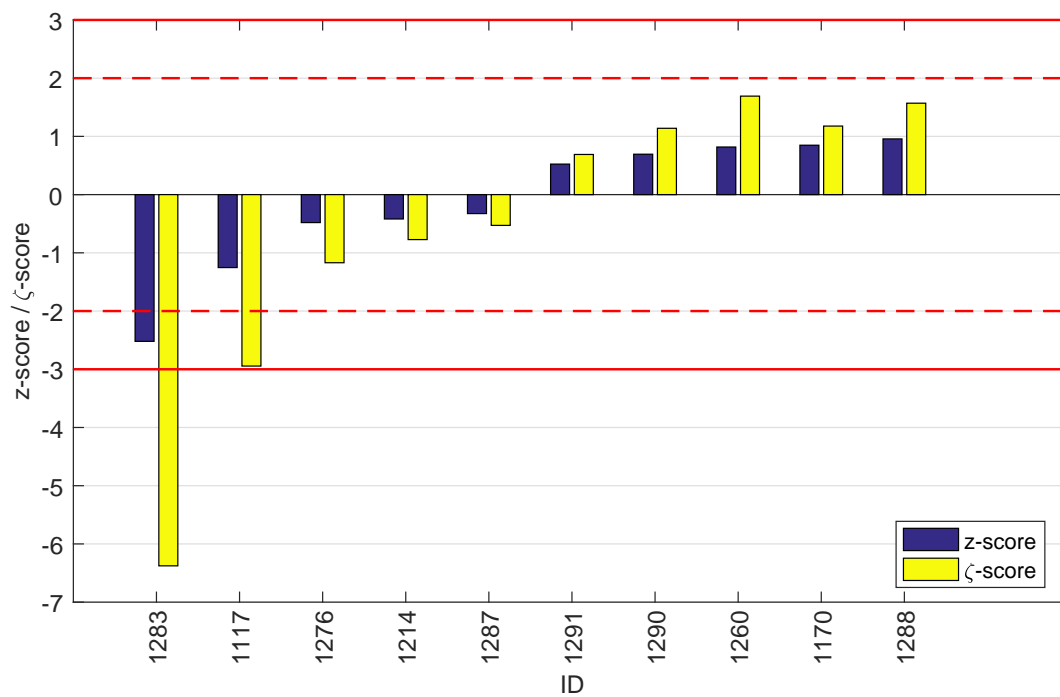
Obrázek 13: Graf průměrných hodnot výsledků zkoušek a výběrových směrodatných odchylek



Obrázek 14: Graf průměrných hodnot výsledků zkoušek a rozšířených nejistot měření



Obrázek 15: Histogram všech výsledků zkoušek



Obrázek 16: z-score a ζ-score

Tabulka 6: Výsledné hodnoty z-score a ζ-score

ID	z-score [-]	ζ-score [-]
1283	-2.52	-6.38
1117	-1.25	-2.95
1276	-0.48	-1.17
1214	-0.42	-0.77
1287	-0.33	-0.53
1291	0.52	0.69
1290	0.69	1.14
1260	0.82	1.69
1170	0.85	1.18
1288	0.96	1.57

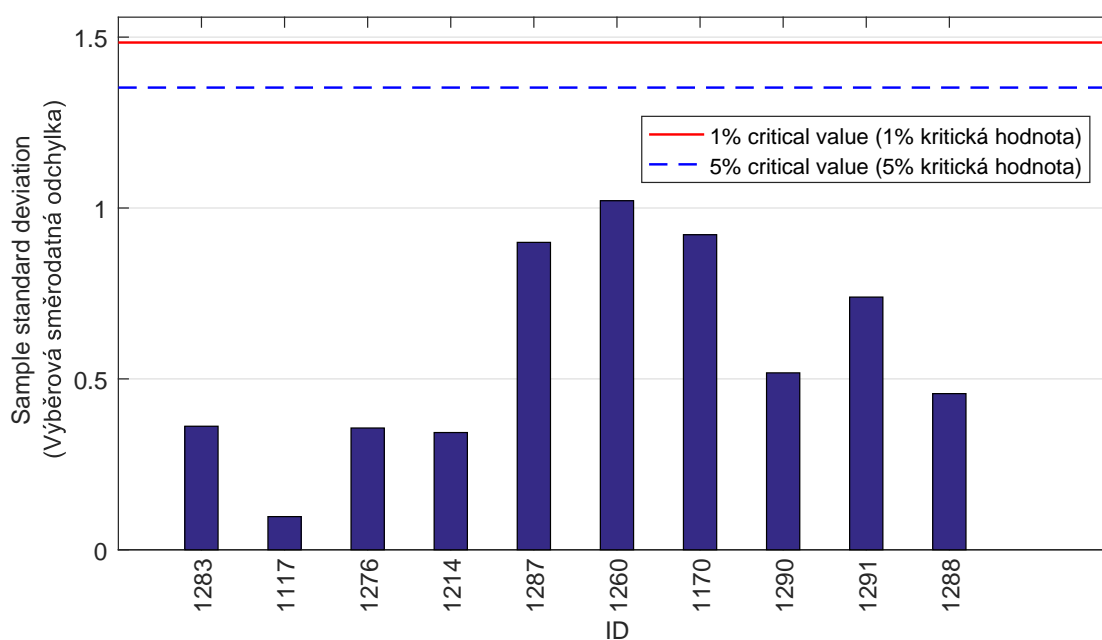
13.2 Pevnost v tlaku

13.2.1 Výsledky zkoušek

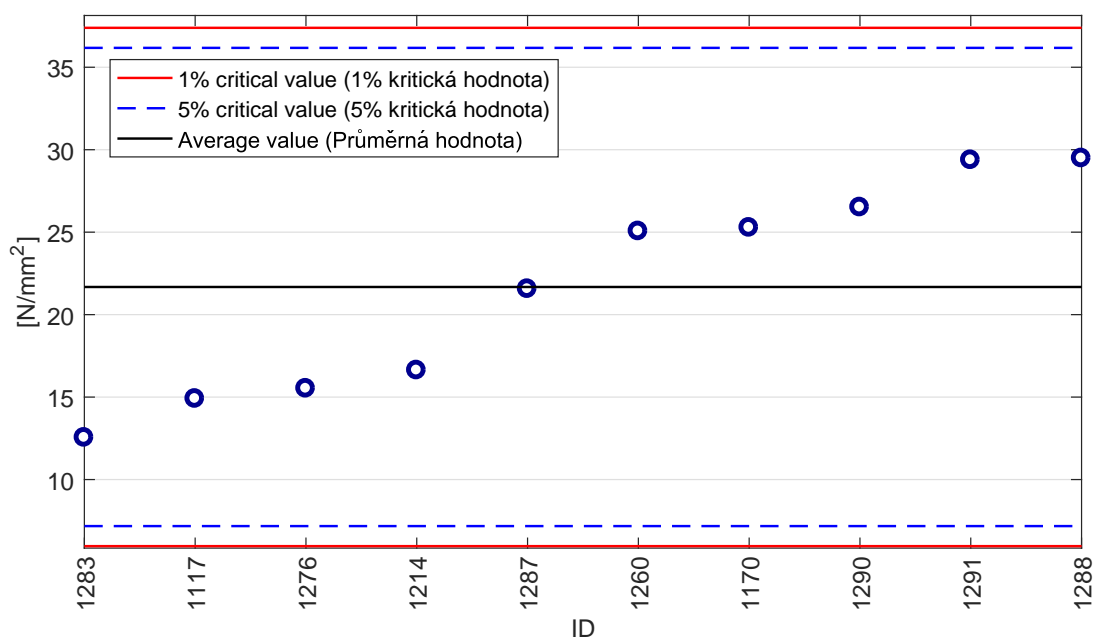
Tabulka 7: Výsledky zkoušek - seřazené podle průměrné hodnoty. Odlehlé hodnoty jsou vyznačeny hvězdičkou. u_X - rozšířená nejistota účastníka; \bar{x} - aritmetický průměr; s_0 - výběrová směrodatná odchylka; V_X - variační koeficient

ID účastníka	Výsledky zkoušek [N/mm ²]						u_X [N/mm ²]	\bar{x} [N/mm ²]	s_0 [N/mm ²]	V_X [%]
1283	12.9	12.9	12.1	12.1	12.6	12.6	0.0	12.5	0.4	2.88
1117	14.8	14.9	14.8	14.9	15.1	14.9	0.4	14.9	0.1	0.65
1276	15.9	15.7	15.5	15.5	15.5	14.9	0.5	15.5	0.4	2.30
1214	16.9	16.9	16.6	16.9	16.2	16.2	0.5	16.6	0.3	2.06
1287	21.9	23.1	21.3	20.4	21.1	21.6	2.7	21.5	0.9	4.17
1260	26.0	24.1	25.8	26.0	24.7	23.7	0.9	25.1	1.0	4.08
1170	24.2	24.1	26.1	25.5	26.3	25.4	0.8	25.3	0.9	3.65
1290	26.7	26.3	25.8	27.3	26.7	26.2	2.0	26.5	0.5	1.95
1291	28.9	29.8	28.1	29.9	30.1	29.4	2.0	29.4	0.7	2.52
1288	30.1	29.9	29.4	29.6	29.0	28.9	2.0	29.5	0.5	1.55

13.2.2 Numerické zhodnocení odlehlých hodnot

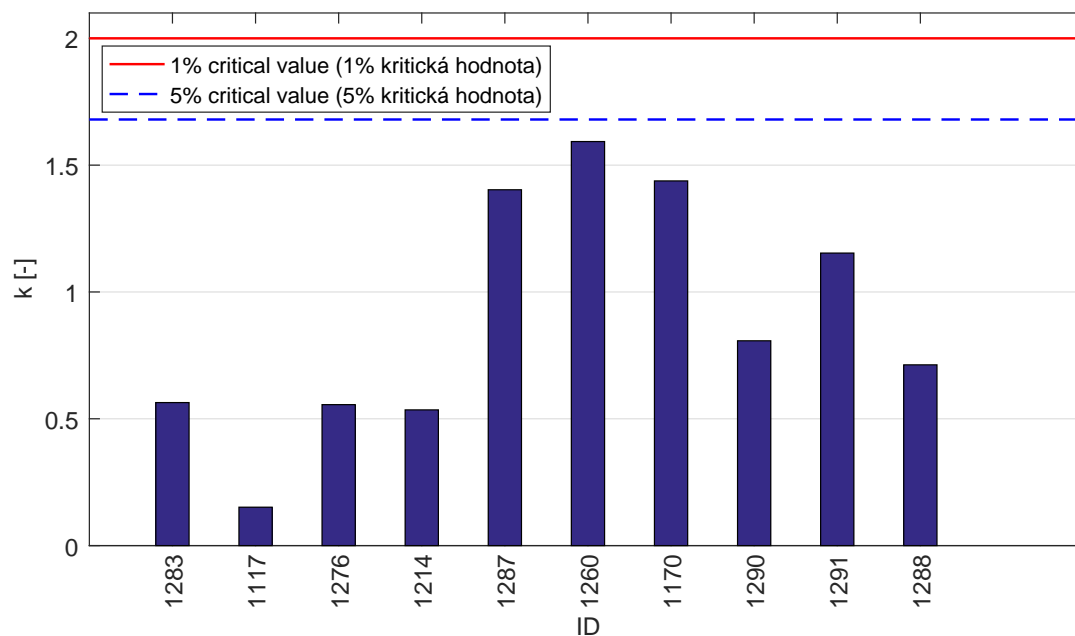


Obrázek 17: **Cochranův test** - graf výběrových směrodatných odchylek: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

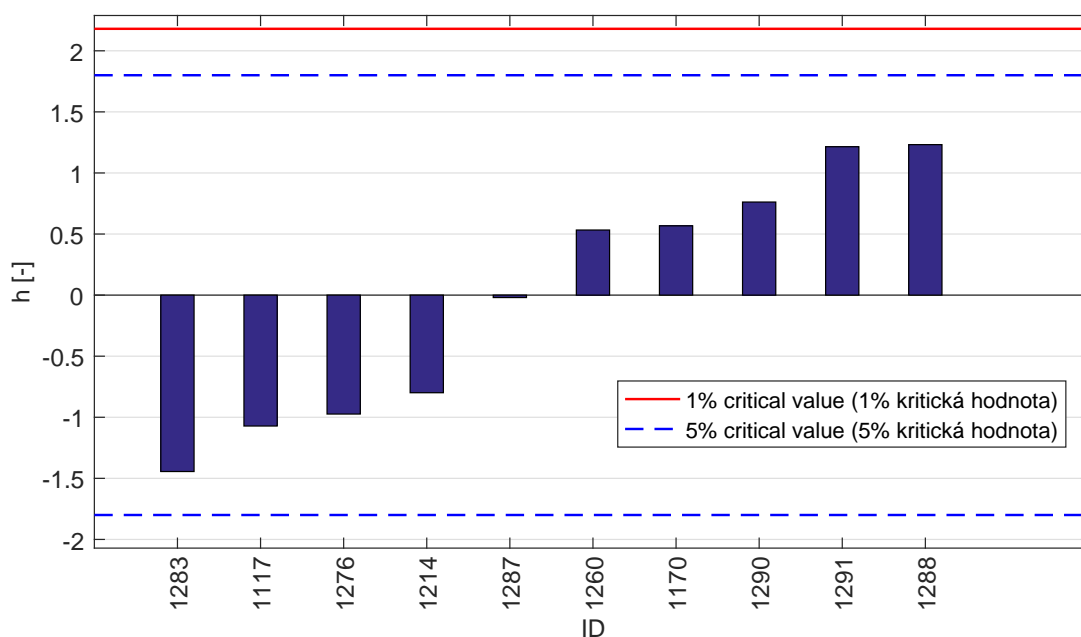


Obrázek 18: **Grubbsův test** - graf průměrných hodnot: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

13.2.3 Mandelovy statistiky konzistence

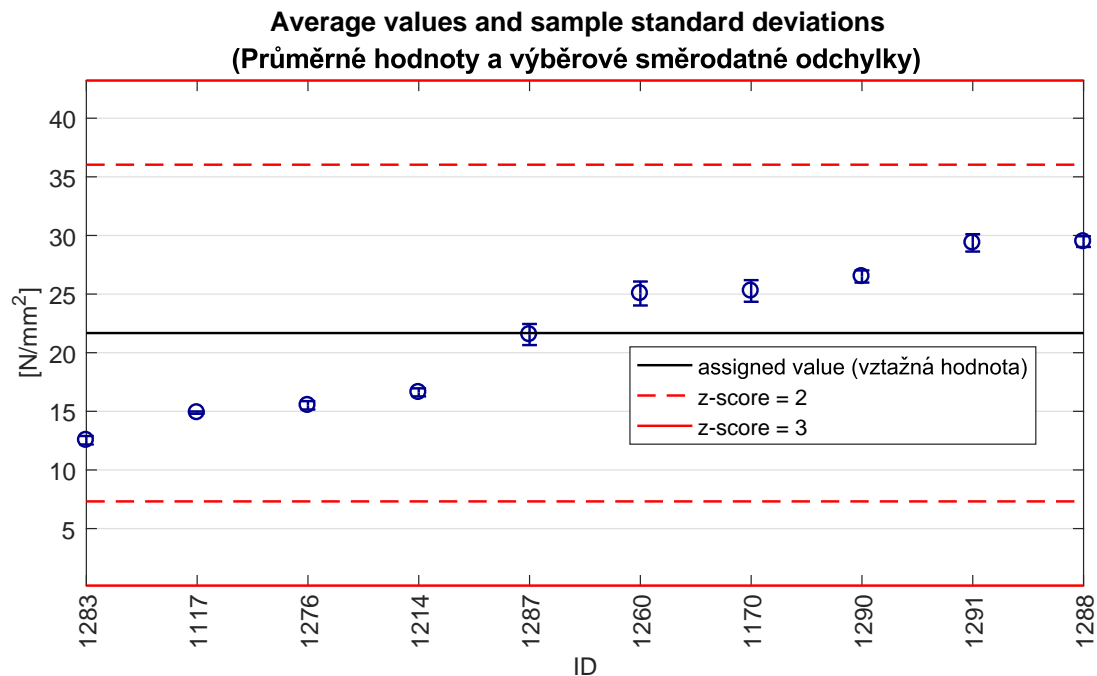


Obrázek 19: Vnitrolaboratorní statistika konzistence: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

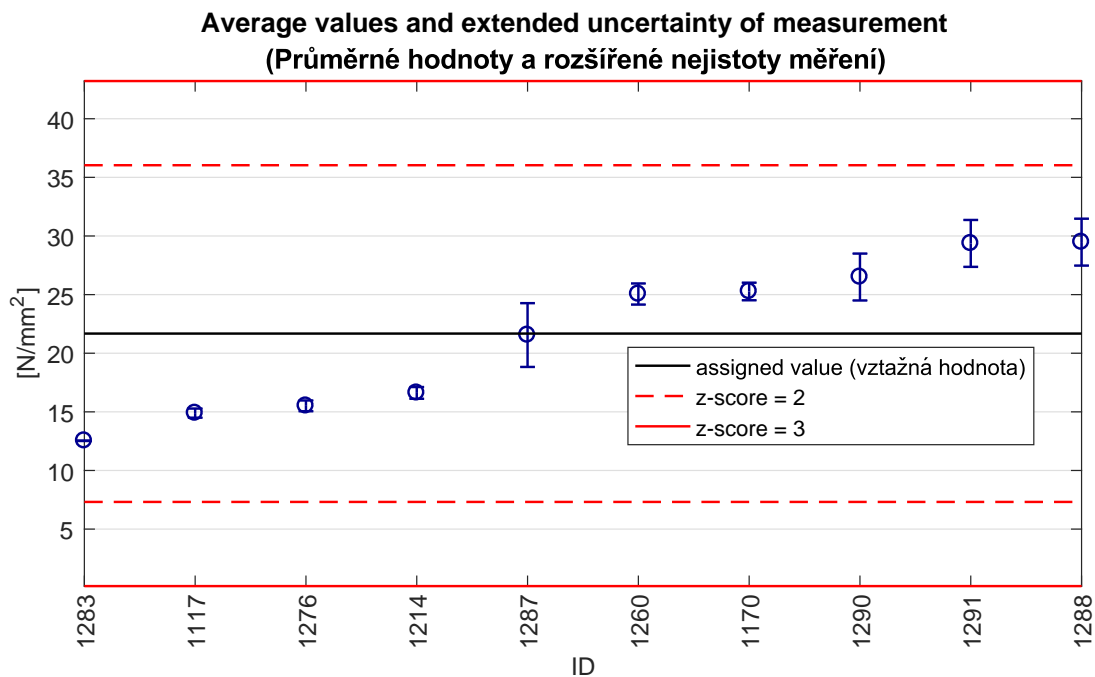


Obrázek 20: Mezilaboratorní statistika konzistence: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

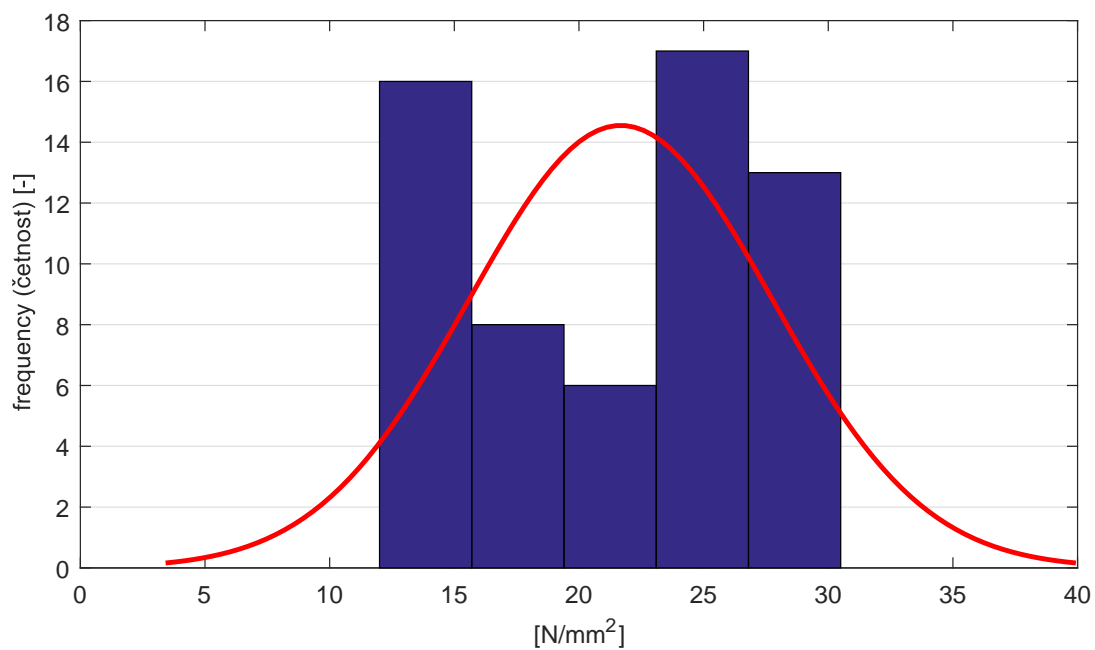
13.2.4 Vyhodnocení výkonnosti účastníků



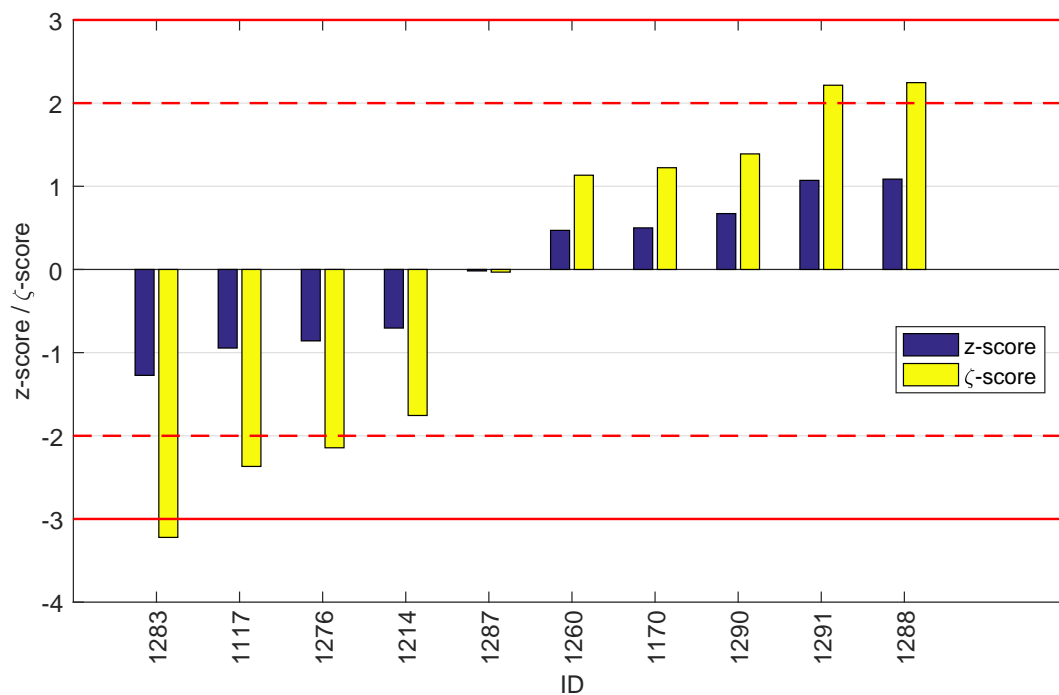
Obrázek 21: Graf průměrných hodnot výsledků zkoušek a výběrových směrodatných odchylek



Obrázek 22: Graf průměrných hodnot výsledků zkoušek a rozšířených nejistot měření



Obrázek 23: Histogram všech výsledků zkoušek



Obrázek 24: z-score a ζ-score

Tabulka 8: Výsledné hodnoty z-score a ζ-score

ID	z-score [-]	ζ-score [-]
1283	-1.27	-3.22
1117	-0.94	-2.37
1276	-0.86	-2.14
1214	-0.70	-1.76
1287	-0.02	-0.03
1260	0.47	1.13
1170	0.50	1.22
1290	0.67	1.39
1291	1.07	2.22
1288	1.09	2.25

14 Příloha – ČSN EN 1015-12 – Přídržnost

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

15 Příloha – ČSN EN 1015-18 – Koef. kapilární absorpce (C_m)

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

16 Příloha – ČSN EN 1015-19 – Tok vodní páry

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

17 Příloha – ČSN EN 13892-2 – Pevnost v tahu za ohybu a tlaku

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

18 Příloha – ČSN EN 1308 – Skluz

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

19 Příloha – ČSN EN 1346 – Doba zavadnutí

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.

20 Příloha – ČSN EN 1348 – Přídržnost

Zkouška neotevřena pro nízký počet účastníků.