



VYSOKÉ UČENÍ  
TECHNICKÉ  
V BRNĚ



FAKULTA  
STAVEBNÍ ústav  
stavebního zkušebnictví

## ZÁVĚREČNÁ ZPRÁVA EXPERIMENTU PRECIZNOSTI

**Program zkoušení způsobilosti  
Zkoušení vlastností plastů  
ZVP 2019/1**

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

[www.szk.fce.vutbr.cz](http://www.szk.fce.vutbr.cz)  
[www.ptprovider.cz](http://www.ptprovider.cz)

Vydání: 4. 9. 2019

**doc. Ing. Tomáš Vymazal, Ph.D.**  
Vedoucí PoZZ, koordinátor PrZZ



**Ing. Petr Misák, Ph.D.**  
Koordinátor hodnocení výsledků PrZZ



## Obsah

<b>1 Úvod a důležité kontakty</b>	<b>2</b>
<b>2 Postupy statistické analýzy experimentu preciznosti</b>	<b>3</b>
<b>3 Závěry statistické analýzy</b>	<b>3</b>
<b>Normativní dokumenty a odkazy</b>	<b>5</b>
<b>Příloha</b>	<b>6</b>
<b>1 Příloha – ČSN EN ISO 1133-1 (Index toku taveniny)</b>	<b>6</b>
1.1 Výsledky zkoušek . . . . .	6
1.2 Numerické zhodnocení odlehlých hodnot . . . . .	6
1.3 Mandelovy statistiky konzistence . . . . .	7
1.4 Popisné statistiky . . . . .	8
1.5 Vyhodnocení výkonnosti účastníků . . . . .	9

## 1 Úvod a důležité kontakty

Na začátku roku 2019 byl Poskytovatelem zkoušení způsobilosti při SZK FAST (PoZZ) zahájen program zkoušení způsobilosti (PrZZ) s označením ZVP 2019/1, jehož cílem bylo ověřit a posoudit shodnost výsledků zkoušek plastů. 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 ISO 527-1, 2 (Modul pružnosti v tahu) [1, 2]
2. ČSN EN ISO 527-1, 2 (Napětí na mezi kluzu, Poměrné prodloužení na mezi kluzu) [1, 2]
3. ČSN EN ISO 527-1, 2 (Napětí na mezi kluzu) [1, 2]
4. ČSN EN ISO 178 (Modul pružnosti v ohybu) [3]
5. ČSN EN ISO 178 (Pevnost v ohybu, Deformace ohybem na mezi pevnosti v ohybu) [3]
6. ČSN EN ISO 179-1 (Rázová houževnatost Charpy zkušebních těles bez vrubu) [4]
7. ČSN EN ISO 179-1 (Rázová houževnatost Charpy zkušebních těles opatřených vrubem (pozn. vrub připravený distributorem)) [4]
8. ČSN EN ISO 179-1 (Rázová houževnatost Charpy zkušebních těles opatřených vrubem (pozn. vrub připravuje laboratoř)) [4]
9. ČSN EN ISO 868 (Tvrdost Shore D) [5]
10. ČSN EN ISO 306 (Teplota měknutí dle Vicata VST/A/50) [6]
11. ČSN EN ISO 306 (Teplota měknutí dle Vicata VST/B/50) [6]
12. ČSN EN ISO 75-1, -2 (Teplota průhybu při zatížení, metoda A) [7, 8]
13. ČSN EN ISO 75-1, -2 (Teplota průhybu při zatížení, metoda B) [7, 8]
14. ČSN EN ISO 1183-1 (Hustota) [9]
15. ČSN EN ISO 11357-1, -3 (Teplota tání  $T_{m1}$ , entalpie 1. tání  $\Delta H_{m1}$ ) [10, 11]
16. ČSN EN ISO 1133-1 (Index toku taveniny) [12]
17. ČSN EN ISO 1628-1, -5 (Viskozita polymerů) [13, 14]
18. ČSN EN ISO 11358-1 (obsah plniva) [15]

S ohledem na nízký počet účastníků byl otevřen pouze zkušební postup č. 16.

Přípravu vzorků zajistil dodavatel, tedy UNIPETROL RPA, s.r.o. – POLYMER INSTITUTE BRNO, odštěpný závod. Dodavatel také zajistil homogenitu a stabilitu zkušebních vzorků, které byly mezi jednotlivé účastníky PrZZ distribuovány tak, aby nemohlo dojít k ovlivnění jejich vlastností.

Výsledky zkoušek jednotlivých účastníků PrZZ jsou vzájemně porovnány metodou statistické analýzy experimentu shodnosti podle ČSN ISO 5725-2 [16], ČSN ISO 13528 [18] a ČSN EN ISO/IEC 17043 [17]. Výsledkem řešení je tato závěrečná zpráva, která shrnuje výsledky experimentu preciznosti, včetně statistického vyhodnocení.

Programu se zúčastnilo celkem 7pracovišť. 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.

Tabulka 1: Seznam účastníků

Subjekt	Adresa	Číslo AZL
Institut pro testování a certifikaci, a.s.	třída Tomáše Bati 299, Zlín, 763 02, Česká republika	1004
UNIPETROL RPA, s.r.o. - POLYMER INSTITUTE BRNO, odštěpný závod	Tkalcovská 36/2, Brno, 60200, Česká republika	1380
SYNPO, akciová společnost	S. K. Neumanna 1316, Pardubice, 532 07, Česká republika	1105.2
Unipetrol RPA s.r.o.	Záluží 1, DS 954, Litvínov, 436 70, Česká republika	-
Vyrtych a.s., Centrum vývojových a zkušebních laboratoří	Židněves 116, Březno, 294 06, Česká republika	L 1279
VÚRUP, a.s.	Vlčie hrdlo P.O.Box 50, Bratislava, 820 03, Slovenská republika	-
PFNonwovens Czech s.r.o.	VÚRUP a.s., Vlčie hrdlo P.O.Box 50, Bratislava 23, 820 03, Slovenská republika	-

## 2 Postupy statistické analýzy experimentu preciznosti

Statistické vyhodnocení PrZZ je se skládá z následujících kroků:

1. Kritické zhodnocení vnitrolaboratorních variabilit Cochranovým testem: V případě překonání 5% nebo 1% kritické hodnoty se nejprve uváží vliv jednotlivých pozorování. Pokud výsledky naznačují, že je vysoká variabilita účastníka způsobena jedním pozorováním, je tato hodnota z experimentu vyřazena, avšak účastník není vyřazen pro odlehlost. Při překonání 1% kritické hodnoty mohou být výsledky účastníka označeny jako odlehlé a z experimentu vyřazeny.
2. Kritické zhodnocení údajů Grubbsovým testem: V případě překonání 1% kritické hodnoty jsou výsledky účastníka označeny jako odlehlé a z experimentu vyřazeny.
3. Grafické zjištění konzistence laboratoří (Mandelovy statistiky): Překročení kritických hodnot Mandelových statistik nenaznačuje, že výsledky laboratoří jsou špatné, pouze to poukazuje na drobné nesrovnalosti.
4. Vyhodnocení popisných statistik, a pokud je to možné s ohledem na počet pozorování, i opakovatelnosti a reprodukovatelnosti.
5. Výpočet vztažné hodnoty.
6. Vyhodnocení výkonnosti účastníků: Nejdůležitějším výstupem PrZZ jsou tzv. z-score a  $\zeta$ -score (zeta-score). Tyto charakteristiky hodnotí výkonnost jednotlivých účastníků porovnáním se vztažnou hodnotou a nejistotami měření. z-score a  $\zeta$ -score jsou porovnány s limitními hodnotami. Výsledné hodnoty  $\zeta$ -score nejsou brány v potaz při výsledném vyhodnocení výkonnosti účastníků, neboť jsou do značné míry závislé na hodnotách nejistot měření.

Postupy statistické analýzy, které používá Poskytovatel zkoušení způsobilosti při SZK FAST, je možné v plném znění nalézt na <http://ptprovider.cz>.

## 3 Závěry statistické analýzy

Předložená zpráva shrnuje výsledky programu zkoušení způsobilosti ZVP 2019/1 (PrZZ) pořádaného Poskytovatelem zkoušení způsobilosti při SZK FAST. PrZZ se zúčastnilo celkem 7pracovišť. Program byl zaměřen na běžné

normalizované zkoušky plastů. Výsledky zkoušek jsou hodnoceny samostatně pro každý sledovaný zkušební postup. Vyhodnocené statistické charakteristiky, výsledky testů a grafické znázornění jsou součástí přílohy této zprávy.

V rámci PrZZ byl otevřen pouze jeden zkušební postup – stanovení indexu toku taveniny podle ČSN EN ISO 1133-1 [12]. Výsledky zkoušek společně s grafickým znázorněním a vyhodnocenými statistickými charakteristikami jsou uvedeny v příloze.

Numerické kritické zhodnocení výsledků zkoušek Cochranovým testem ukázalo překročení 5% kritické hodnoty účastníka s označením b9f025. Toto překročení ještě není důvodem pro vyřazení účastníka pro odlehlost. Grafické zjištění konzistence laboratoří (Mandelovy statistiky) ukázalo několik překročení kritických hodnot statistik konzistence. Překročení kritických hodnot Mandelových statistik nenaznačuje, že výsledky laboratoří jsou špatné. Pouze poukazuje na drobné nesrovnalosti. Žádný z účastníků tedy nebyl z experimentu vyřazen.

Vztažná hodnota a její nejistota byla stanovena na základě algoritmu A (ČSN ISO 13258 [18]). Výsledky všech účastníků nepřekročily limitní hodnotu  $z\text{-score} = 2$  a proto lze jejich výkonnost označit jako **vyhovující**.

## Odkazy

- [1] ČSN EN ISO 527-1. *Plasty - Stanovení tahových vlastností - Část 1: Obecné principy*. 2012.
- [2] ČSN EN ISO 527-2. *Plasty - Stanovení tahových vlastností - Část 2: Zkušební podmínky pro tvářené plasty*. 2012.
- [3] ČSN EN ISO 178. *Plasty - Stanovení ohybových vlastností*. 2013.
- [4] ČSN EN ISO 179-1. *Plasty - Stanovení rázové houževnatosti metodou Charpy - Část 1: Neinstrumentovaná rázová zkouška*. 2010.
- [5] ČSN EN ISO 868. *Plasty a ebonit - Stanovení tvrdosti vtlačováním hrotu tvrdoměru (tvrdost Shore)*. 2003.
- [6] ČSN EN ISO 306. *Plasty - Termoplasty - Stanovení teploty měknutí podle Vicata (VST)*. 2014.
- [7] ČSN EN ISO 75-1. *Plasty - Stanovení teploty průhybu při zatížení - Část 1: Obecná metoda zkoušení*. 2013.
- [8] ČSN EN ISO 75-2. *Plasty - Stanovení teploty průhybu při zatížení - Část 2: Plasty a ebonit*. 2013.
- [9] ČSN EN ISO 1183-1. *Plasty - Metody stanovení hustoty nelehčených plastů - Část 1: Imerzní metoda, metoda s kapalinovým pyknometrem a titrační metoda*. 2013.
- [10] ČSN EN ISO 11357-1. *Plasty - Diferenciální snímací kalorimetrie (DSC) - Část 1: Základní principy*. 2017.
- [11] ČSN EN ISO 11357-3. *Plasty - Diferenciální snímací kalorimetrie (DSC) - Část 3: Stanovení teploty a entalpie tání a krystalizace*. 2018.
- [12] ČSN EN ISO 1133-1. *Plasty - Stanovení hmotnostního (MFR) a objemového (MVR) indexu toku taveniny termoplastů - Část 1: Standardní metoda*. 2012.
- [13] ČSN EN ISO 1628-1. *Plasty - Stanovení viskozity polymerů ve zředěných roztocích kapilárním viskozimetrem - Část 1: Všeobecné principy*. 2009.
- [14] ČSN EN ISO 1628-5. *Plasty - Stanovení viskozity polymerů ve zředěných roztocích kapilárním viskozimetrem - Část 5: Homopolymery a kopolymery termoplastických polyesterů (TP)*. 2015.
- [15] ČSN EN ISO 11358-1. *Plasty - Termogravimetrie (TG) polymerů - Část 1: Obecné principy*. 2014.
- [16] ČSN ISO 5725-2. *Přesnost (pravdivost a preciznost) metod a výsledků měření - Část 1: Základní metoda pro stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované metody měření*. 2018.
- [17] ČSN EN ISO/IEC 17043. *Posuzování shody - Všeobecné požadavky na zkoušení způsobilosti*. 2010.
- [18] ČSN ISO 13528. *Statistické metody používané při zkoušení způsobilosti mezilaboratorním porovnáváním*. 2017.

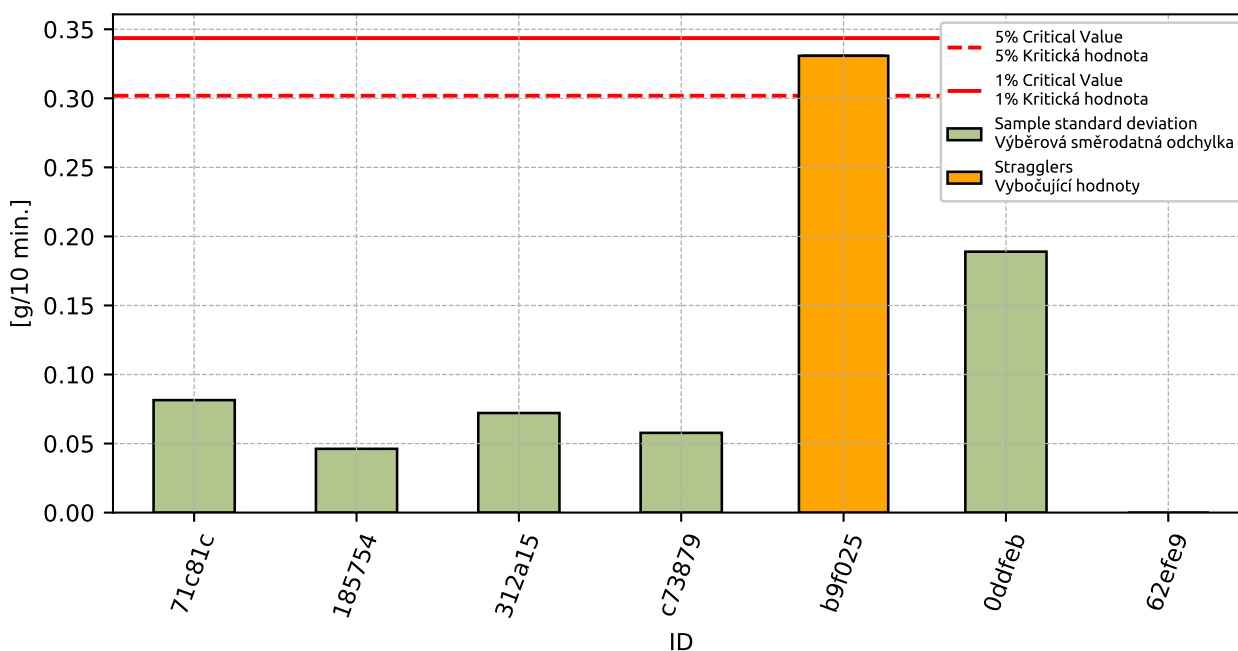
## 1 Příloha – ČSN EN ISO 1133-1 (Index toku taveniny)

### 1.1 Výsledky zkoušek

Tabulka 2: 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

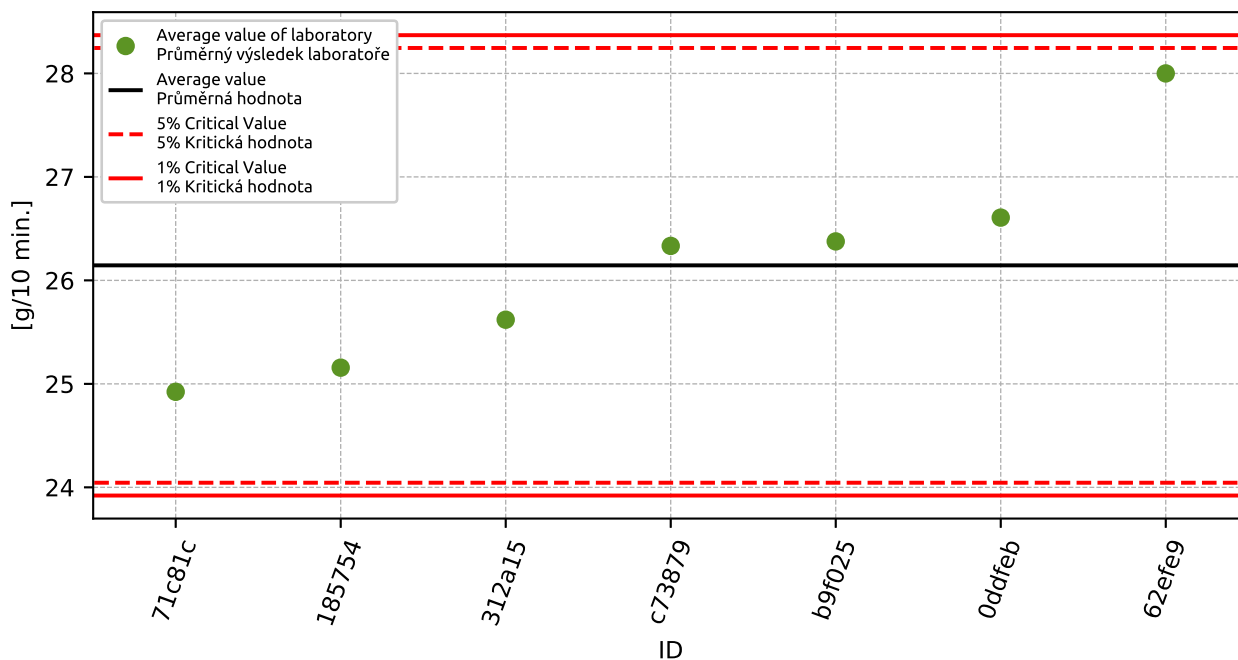
ID účastníka	Výsledky zkoušek [g/10 min.]			$u_x$ [g/10 min.]	$\bar{x}$ [g/10 min.]	$s_0$ [g/10 min.]	$V_x$ [%]
71c81c	24.98	24.96	24.83	0.08	24.92	0.081	0.33
185754	25.21	25.13	25.13	1.86	25.16	0.046	0.18
312a15	25.54	25.64	25.68	-	25.62	0.072	0.28
c73879	26.3	26.4	26.3	-	26.33	0.058	0.22
b9f025	26.06	26.72	26.35	0.7	26.38	0.331	1.25
0ddfeb	26.82	26.45	26.55	-	26.61	0.189	0.71
62efe9	28.0	28.0	28.0	1.0	28.0	0.0	0.0

### 1.2 Numerické zhodnocení odlehlých hodnot



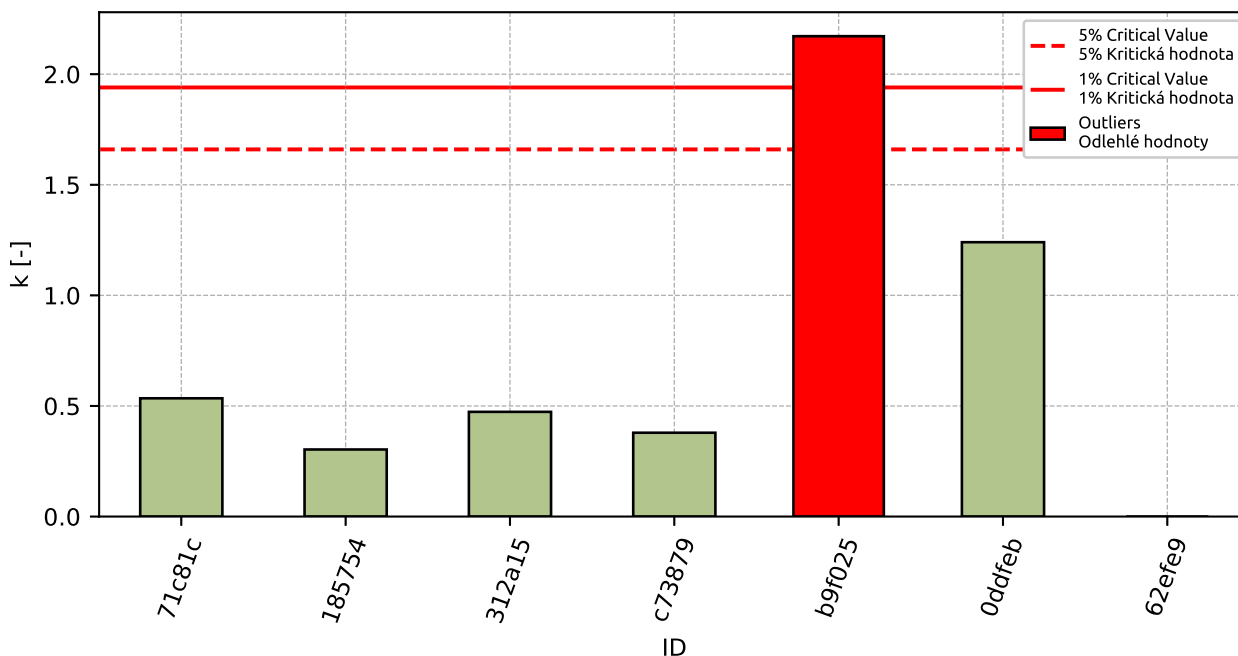
Obrázek 1: **Cochranův test** - graf výběrových směrodatných odchylek: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva



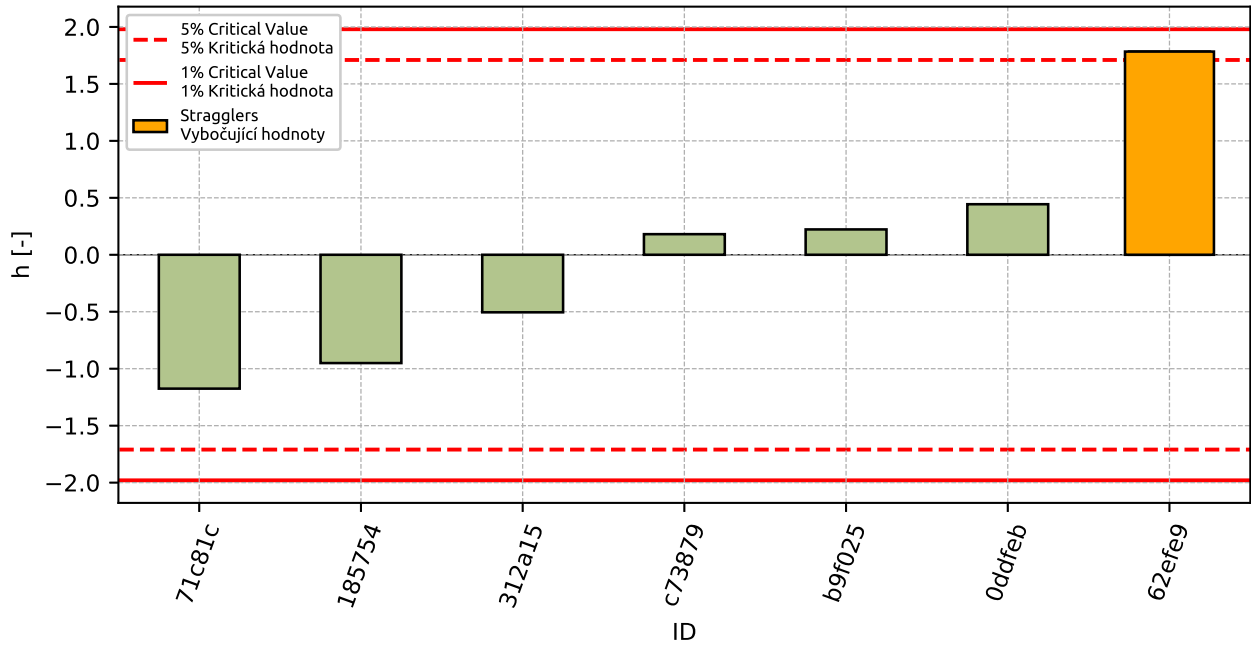


Obrázek 2: **Grubbsův test** - graf průměrných hodnot: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva

### 1.3 Mandelovy statistiky konzistence

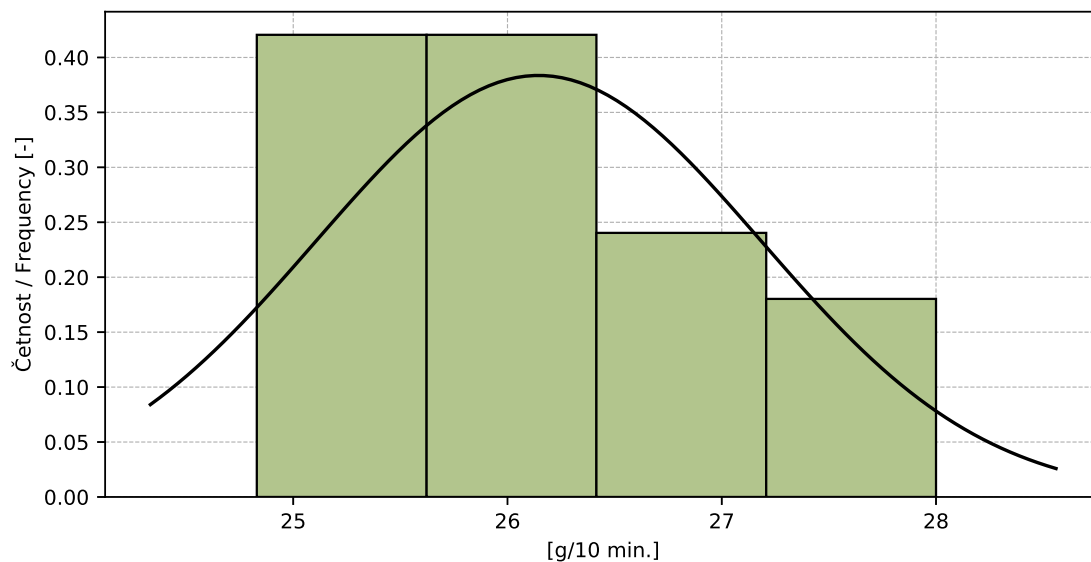


Obrázek 3: Vnitrolaboratorní statistika konzistence: 1% kritická hodnota - červená barva; 5% kritická hodnota - modrá barva



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

## 1.4 Popisné statistiky

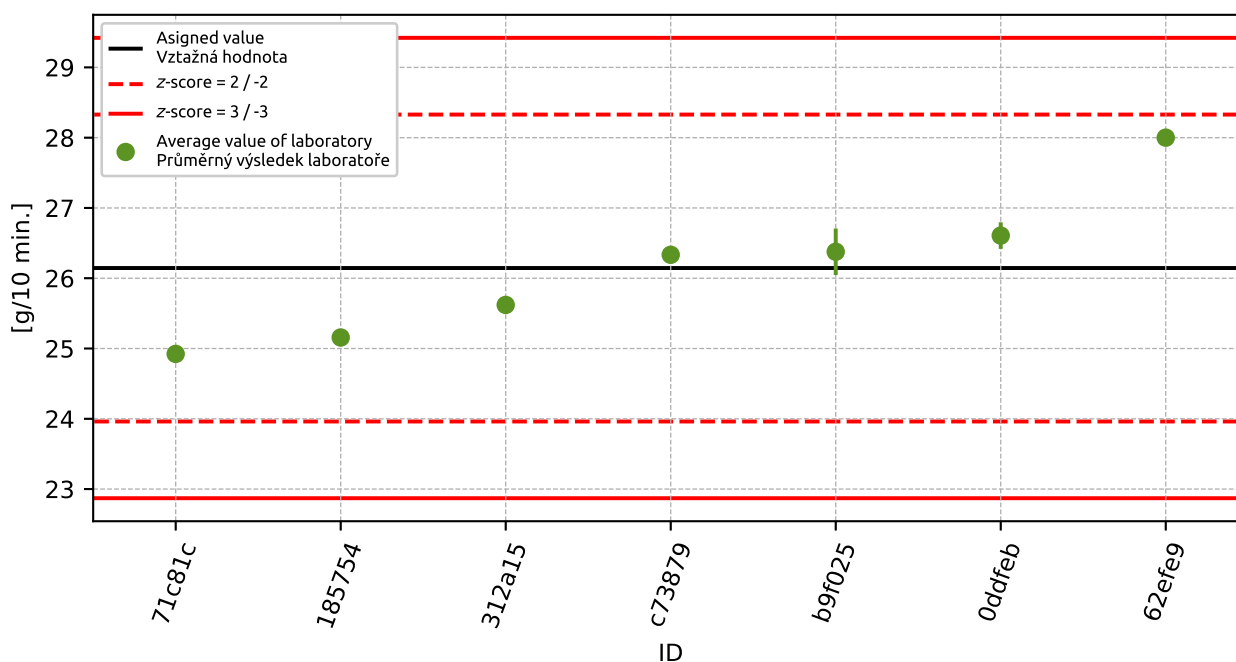


Obrázek 5: Histogram všech výsledků zkoušek

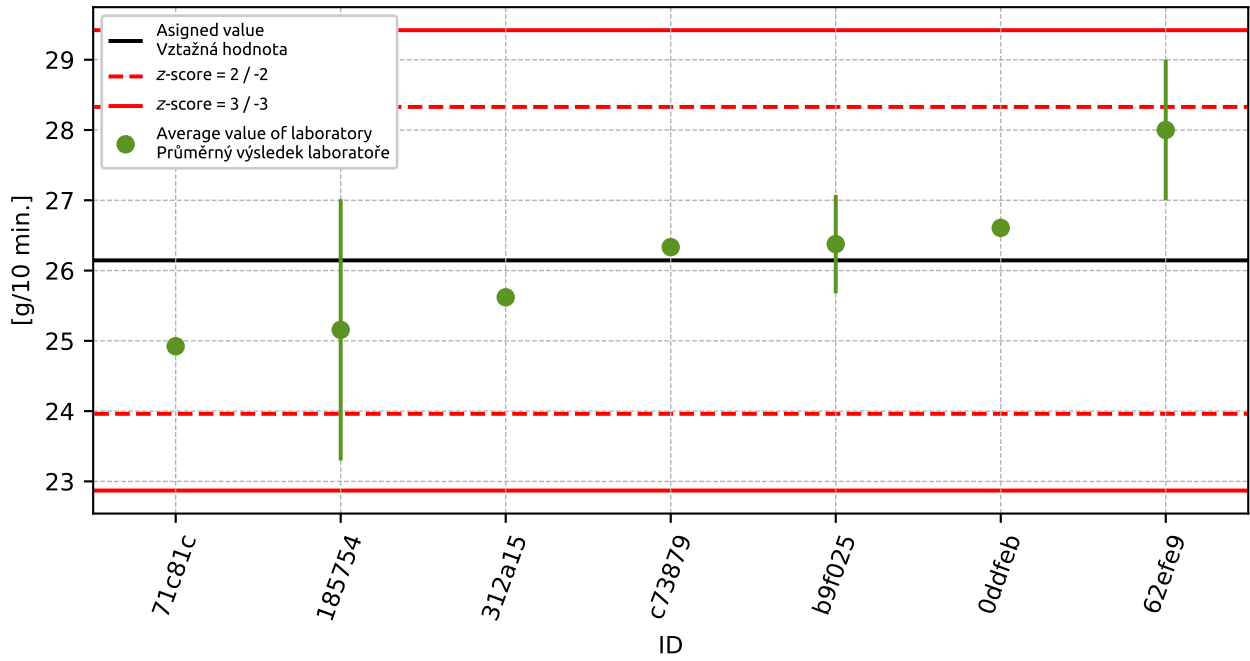
Tabulka 4: Popisné statistiky

Charakteristika	[g/10 min.]
Průměrná hodnota / Average value – $\bar{x}$	26.15
Výběrová směrodatná odchylka / Sample standard deviation – $s$	1.04
Vztažná hodnota / Assigned value – $x^*$	26.15
Robustní směrodatná odchylka / Robust standard deviation – $s^*$	1.092
Nejistota měření vztažné hodnoty / Measurement uncertainty of assigned value – $u_X$	0.516
$p$ -hodnota testu normality / $p$ -value of normality test	0.446 [-]
Mezilaboratorní sm. odch. / Interlaboratory standard deviation – $s_L$	1.036
Směrodatná odchylka opakovatelnosti / Repeatability standard deviation – $s_r$	0.152
Směrodatná odchylka reprodukovatelnosti / Reproducibility standard deviation – $s_R$	1.047
Opakovatelnost / Repeatability – $r$	0.43
Reprodukovatelnost / Reproducibility – $R$	2.93

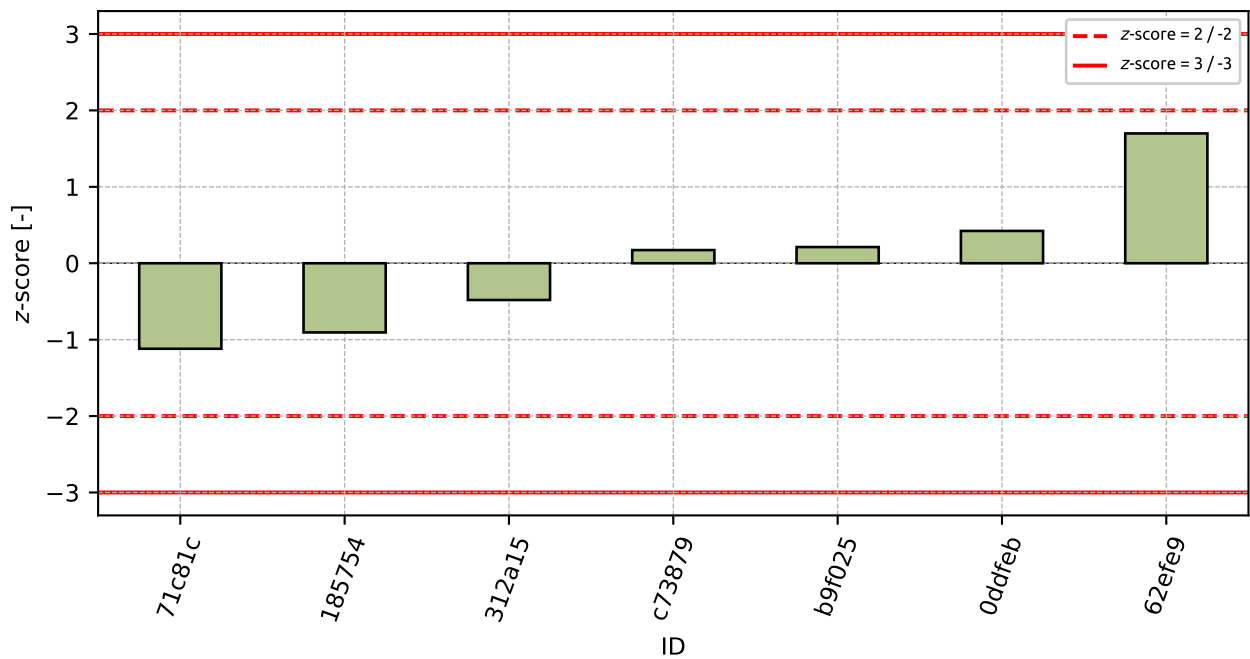
## 1.5 Vyhodnocení výkonnosti účastníků



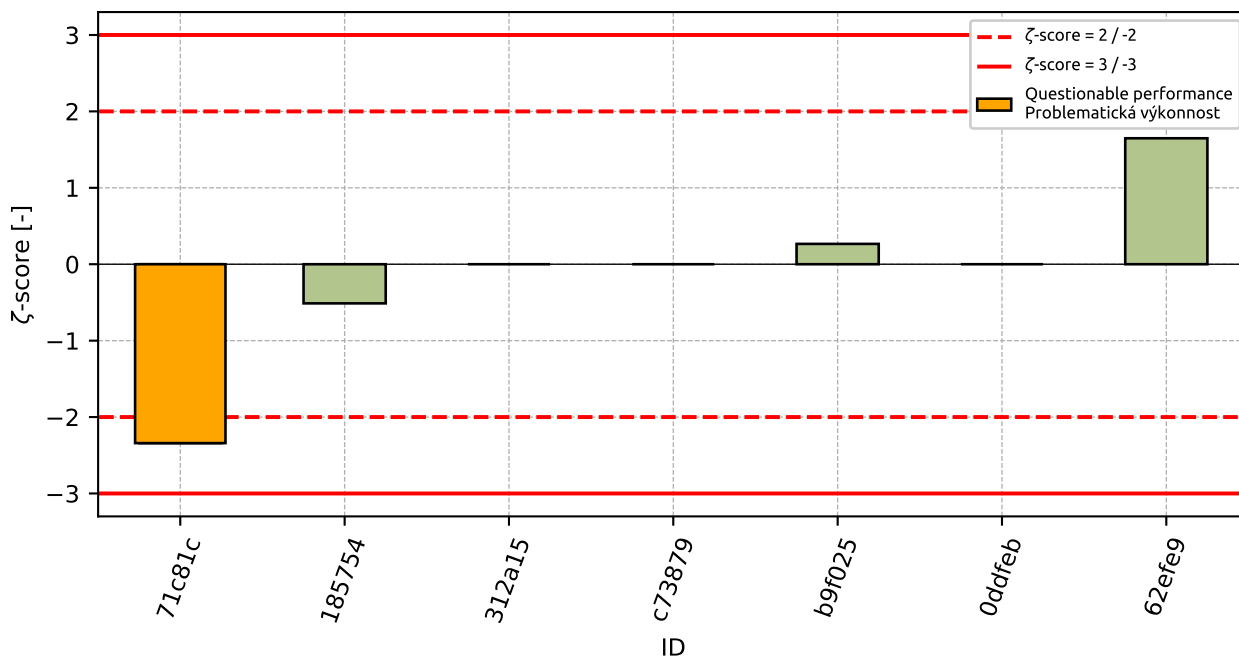
Obrázek 6: Graf průměrných hodnot výsledků zkoušek a výběrových směrodatných odchylek



Obrázek 7: Graf průměrných hodnot výsledků zkoušek a rozšířených nejistot měření



Obrázek 8: z-score

Obrázek 9:  $\zeta$ -scoreTabulka 5: Výsledné hodnoty z-score a  $\zeta$ -score

ID	z-score [-]	$\zeta$ -score [-]
71c81c	-1.12	-2.34
185754	-0.91	-0.51
312a15	-0.48	-
c73879	0.17	-
b9f025	0.21	0.27
0ddfeb	0.42	-
62efe9	1.7	1.65