

## Ergebnisse eines europäischen Ringversuchs – Frost- und Frost-Tausalz-Prüfverfahren

### Results of an European Round Robin Test – Standard Methods for Testing the Resistance of Concrete to Freezing and Thawing

#### Übersicht

Unter der Leitung des Forschungsinstituts der Zementindustrie, Düsseldorf, wurde ein Europäisches Forschungsprojekt durchgeführt, in dem Verfahren zur Prüfung des Frost- und des Frost-Tausalz-Widerstands zunächst vergleichend untersucht und anschließend – soweit möglich – vereinheitlicht wurden. Abschließend wurde mit den modifizierten Prüfverfahren ein Europäischer Ringversuch durchgeführt, an dem 25 Prüfanstalten aus 11 Ländern teilnahmen. Die Ergebnisse, die in diesem Ringversuch erzielt wurden, werden in diesem Beitrag vorgestellt.

#### Abstract

Under the chairmanship of the Research Institute of the Cement Industry, Düsseldorf (Germany), a European research program was carried out comparing and optimizing standard methods for testing the resistance of concrete to freezing and thawing with and without de-icing agents. Finally, the modified test methods were proved by an European round robin test participated by 25 laboratories from 11 countries. The results achieved within this round robin test are presented in this article.

#### 1 Ausgangspunkt für den europäischen Ringversuch

Der Widerstand von Beton gegen Frost- und Frost-Tausalz-Angriff ist eine wichtige Eigenschaft zur Beschreibung der Dauerhaftigkeit von Beton und der Lebensdauer von Betonbauten, die der Witterung ausgesetzt sind. Verfügt ein Beton über keinen ausreichenden Frost- bzw. Frost-Tausalz-Widerstand, können zwei unterschiedliche Schadensarten auftreten: eine oberflächliche Abwitterung und/oder eine innere Gefügeschädigung, die im ersten Stadium augenscheinlich meistens nicht zu erkennen ist.

Zur Zeit sind in Europa in vielen nationalen Normen Grenzwerte für die Betonzusammensetzungen festgelegt, die einen hohen Frost- bzw. Frost-Tausalz-Widerstand aufweisen sollen. Darüber hinaus gibt es in Schweden [1], Österreich [2] und Frankreich [3] Normen und in Deutschland Empfehlungen [4] zur Prüfung der Abwitterung bei Frost- bzw. Frost-Tausalz-Angriff. Ebenfalls existieren in Österreich [5], Frankreich [6, 7] und Italien [8] Normen, die die Prüfung und Beurteilung der inneren Gefügestörung des Betons bei einem Frostangriff enthalten. Man ist sich jedoch darüber einig, daß die bisher vorliegenden Konzepte keine hinreichenden Beurteilungsmaßstäbe bieten. Sie reichen insbesondere dann nicht aus, wenn neue Betonausgangsstoffe bzw. Betonrezepturen verwendet werden, deren Eigenschaften noch nicht ausreichend bekannt sind. Darüber hinaus wird für die Weiterentwicklung der Europäischen Betonnorm EN 206 gefordert, daß Beton-eigenschaften in Zukunft prüfbar sein sollen.

Aus diesem Grund ist die Einführung einheitlicher Europäischer Prüfverfahren wichtig und wird von den CEN-Komitees gefordert, die Zement (CEN TC 51), Beton (CEN TC 104) und Betonfertigteile (CEN TC 178) normen.

#### 1 Starting point for the European Round Robin Test

The resistance of concrete to freezing and thawing is an important parameter describing the durability of concrete and the service life of a concrete structure under outdoor exposure. Where a concrete does not have adequate resistance, the freeze-thaw attack with or without de-icing salt can lead to two entirely different types of damage, namely scaling and internal deterioration which is not visible in most cases.

At present many European national standards contain limits for the composition of a concrete with high resistance to freezing and thawing (design concept). Apart from this in Sweden [1], Austria [2] and France [3] there are standards and in Germany there are recommendations [4] for testing scaling due to freeze-thaw attack with and without salt. Furthermore in Austria [5], France [6, 7] and Italy [8] there are also standards for assessing the damage to the internal structure. However, there is an unanimous opinion that the design concept is not sufficient, as many new basic concrete materials and new concrete compositions are used for which the properties are not yet sufficiently well known. Furthermore, the experts demand for the European standard for concrete EN 206 that in future it should be possible to test the properties of the concrete.

Establishment of uniform European test methods is therefore essential and is required by CEN committees dealing with cement (CEN TC 51), concrete (CEN TC 104) and precast concrete units (CEN TC 178).

The RILEM Committee TC 117 FDC "Freeze-thaw and de-icing resistance of concrete" had also taken up this question and, at several workshops and seminars, had given the State of the Art and compiled the essential parameters which can affect the testing of resistance to freezing and thawing [9, 10].

Das RILEM Komitee TC 117 „Frost- und Frost-Tausalz-Widerstand von Beton“ hat sich ebenfalls mit dieser Problematik im Rahmen einiger Workshops und Seminare auseinandergesetzt. Ergebnis war ein Sachstandbericht, in dem die wesentlichen Parameter zusammengestellt wurden, die die Prüfung des Frost- und Frost-Tausalz-Widerstands von Beton beeinflussen können [9, 10].

## 2 Prüfverfahren

Zur Prüfung des Frost- und des Frost-Tausalz-Widerstands von Beton wurden vier unterschiedliche Verfahren diskutiert:

Zur Prüfung der Abwitterung und der inneren Gefügestörung

- das Plattenverfahren [1, 11-13],
- das Würfelverfahren [4, 11, 14] und
- das CF-/CDF-/CIF-Verfahren [11, 15-19]

sowie zusätzlich zur Bestimmung ausschließlich der inneren Gefügestörung

- das Balkenverfahren [2, 5-8].

Auf der Basis der existierenden Normen, Empfehlungen und Veröffentlichungen wurde von der Task Group 4 „Frost- und Frost-Tausalz-Widerstand von Beton“ des CEN TC 51/WG 12 ein Entwurf einer Europäischen Norm vorgelegt: „Prüfverfahren zur Bestimmung des Frost- und Frost-Tausalz-Widerstands von Beton – Prüfung mit Wasser oder Natriumchloridlösung – Teil 1: Abwitterung“ [11]. Dieser Entwurf beinhaltet als Referenzverfahren das Plattenverfahren und als alternative Prüfverfahren das Würfel- und das CF-/CDF-Verfahren. Ebenso wurde von der Arbeitsgruppe CEN TC 178/WG 1 auf der Grundlage verschiedener Untersuchungen [20, 23] das Plattenverfahren für die Prüfung und Beurteilung des Frost-Tausalz-Widerstands von Pflastersteinen, Pflasterplatten und Bordsteinen aus Beton empfohlen [24]. Die Entwürfe der Normen EN 1338 [25], EN 1339 [26] und EN 1340 [27] liegen bereits vor.

## 3 Frühere Ringversuche

Ein erster europäischer Ringversuch, an dem 12 Prüfanstalten aus 12 Ländern teilnahmen, wurde 1992 durchgeführt [28]. Die Auswertung dieses Ringversuchs zeigte beträchtliche Mängel, die sowohl zu sehr hohen Wiederholstreuungen der einzelnen Prüfanstalten als auch zu sehr hohen Vergleichsstreuungen zwischen den Prüfanstalten führten. Aus diesem Grund wurde ein zweiter europäischer Ringversuch durchgeführt, in dem auf die exakte Einhaltung des Temperaturzyklus besonderer Wert gelegt wurde [29, 30]. An diesem Ringversuch nahmen 17 Prüfanstalten aus 14 europäischen Ländern teil. Die Abweichungen der Ergebnisse zwischen den einzelnen Prüfanstalten konnten zwar reduziert werden, waren jedoch in vielen Fällen noch deutlich zu hoch. Ein weiterer Ringversuch wurde von sechs skandinavischen Forschungsinstitutionen durchgeführt [31].

Die Ergebnisse dieser Ringversuche ebenso wie die einschlägige Literatur zum Thema Frostwiderstand von Beton und dessen Prüfung belegen, daß bisher noch nicht alle Parameter, die sich auf das Meßergebnis der Frostprüfung auswirken, mit ausreichender Genauigkeit festgelegt wurden. Die Untersuchungen haben gezeigt, welche Parameter einen Einfluß auf das Ergebnis der Frostprüfung haben. Es war deshalb erforderlich, daß die Einflüsse auf das Meßergebnis, die sich beispielsweise aus der Probenvorbereitung und der Lagerung ergeben, geklärt wurden. Darüber hinaus haben die bisherigen Untersuchungen gezeigt, daß die angewandten Verfahren zur Prüfung und Beurteilung der inneren Gefügestörung nicht zu übereinstimmenden Ergebnissen führten.

## 4 Europäisches Forschungsprojekt

Um den Einfluß unterschiedlicher Parameter auf das Meßergebnis zu klären, wurden die vier zuvor erwähnten Prüfverfahren zur Bestimmung der Abwitterung und der inneren Gefügestörung (Platten-, Würfel-, CF-/CDF-/CIF- und Balkenverfahren) eingehend untersucht. Die Untersuchungen wurden in drei Teile untergliedert: Teil 1 Abwitterung, Teil 2 Innere Gefügestörung und Teil 3 Ringversuch.

Im Teil 1 (Abwitterung) [32, 35] wurden die unterschiedlichen Prüfverfahren optimiert. Bei allen Prüfverfahren wurden bisher un-

## 2 Test methods

For testing the resistance of concrete to freezing and thawing four different test methods were under consideration:

For testing scaling and internal deterioration

- Slab-test [1, 11-13],
- Cube-test [4, 11, 14] and
- CF-/CDF-/CIF-test [11, 15-19]

and in addition, only for testing the internal deterioration during freeze-thaw attack

- Beam-test [2, 5-8].

On the basis of the existing standards, recommendations and publications the Task Group 4 “Freeze-Thaw Resistance of Concrete” of CEN TC 51/WG 12 has prepared a draft for a European standard: “Test Methods for the Freeze-thaw Resistance of Concrete – Tests with Water or with Sodium Chloride Solution, Part 1: Scaling” [11]. This draft contains as reference method the Slab-test and as alternative methods the Cube- and CF-/CDF-tests. On the basis of several investigations [20-23] also for concrete paving blocks, flags and kerbs the Slab-test is recommended by CEN TC 178/WG 1 [24]. Drafts of the standards EN 1338 [25], 1339 [26] and 1340 [27] are now available.

## 3 Previous round robin tests

A first round robin test with a total of 12 institutes from 12 European countries was carried out in 1992 [28]. The results showed considerable repeatability and reproducibility variations. Maintenance of the specified temperature was therefore checked very precisely in a second round robin test [29, 30]. The round robin test was run by 17 institutes from 14 European countries. The variability between the individual laboratories was reduced, but in many cases it was still too big. Another round robin test was carried out by six nordic research institutes [31].

The results of these round robin tests as well as the literature about freeze-thaw resistance of concrete show that some parameters which affect the test results were still not covered with sufficient accuracy. Research has shown which parameters can affect the results of freeze-thaw tests. It was therefore requested that for example the influence especially of the pretreatment and storage of the specimens is clarified. It was also discovered that the methods for assessing damage of the internal structure did not lead to consistent results.

## 4 European research project

To clarify the different parameters influencing the test results, the four above mentioned methods for testing scaling and for testing internal deterioration (Slab-, Cube-, CF-/CDF-/CIF- and Beam-tests) have been investigated in more detail. The research work was carried out in three parts: work package 1 scaling, work package 2 internal deterioration and work package 3 round robin test.

The technical objective of work package 1 (scaling) [32, 35] was the improvement of the test methods. In each test method the preliminary conditions, such as sample preparation, sample preliminary storage, and saturation before the freeze-thaw test, are carried out in somewhat different ways. The effects of these preliminary conditions on the freeze-thaw results had not been adequately clarified.

Several research results indicate that the damage to concrete caused by freeze-thaw attack is not just characterized by scaling but that internal deterioration can also occur. The measurement of this internal damage has not yet been adequately settled. The technical objective of work package 2 [33], [35] was therefore the measurement of the internal deterioration to concrete resulting from freeze-thaw attack.

The investigations of work package 1 (scaling) and 2 (internal deterioration) led to some changes of the Slab-, Cube- and CF-/CDF-tests, for example the minimum temperature of the Slab-test was lowered from -18 °C to -20 °C [36]. The use of demineralized water was prescribed when scaling without de-icing salt will be tested.

After finishing work packages 1 and 2 of the research project the test procedures were described more precisely and another Euro-

Tafel 1: Partner des europäischen Forschungsprojekts  
Tab. 1: Partner of the European research project

Land Country	Institut Institute
Dänemark Denmark	Aalborg Portland, Cement and Concrete Laboratory, Aalborg
Deutschland Germany	Verein Deutscher Zementwerke e.V. (VDZ), Forschungsinstitut der Zementindustrie (FIZ), Düsseldorf Koordinator des Forschungsvorhabens <i>Coordinator of the research project</i> Koordinator des Würfelverfahrens <i>Task leader of the Cube-test</i>
	Universität Gesamthochschule Essen, Institut für Bauphysik und Materialwissenschaft, Essen Koordinator des CF-/CDF-/CIF-Verfahrens <i>Task leader of the CF-/CDF-/CIF-test</i>
Frankreich France	Centre Technique Louis Vicat (VIC), Laboratoire Matériaux et Microstructures, L'Isle d'Abeau Cedex
Italien Italy	Centro Technico di Gruppo S.p.A., Direzione Laboratori - Servizio Analisi e Valutazione Materiali L.V.M., Bergamo
Norwegen Norway	NORCEM A/S, Department Research and Development, Brevik
Österreich Austria	Vereinigung der Österreichischen Zementindustrie (VÖZ), Forschungsinstitut, Wien Koordinator des Balkenverfahrens <i>Task leader of the Beam-test</i>
Schweden Sweden	Swedish National Testing and Research Institute (SP), Building Technology, Borås Koordinator des Plattenverfahrens <i>Task leader of the Slab-test</i>

terschiedliche Probenvorbereitungen durchgeführt, beispielsweise verschiedene Lagerungsbedingungen oder Sättigungsbedingungen vor der Prüfung.

Verschiedene Forschungsergebnisse haben gezeigt, daß eine Schädigung des Betons durch Frost- oder Frost-Tausalz-Angriff nicht immer allein anhand der oberflächlichen Abwitterung beurteilt werden kann, sondern daß ebenfalls die innere Gefügestörung mit in Betracht gezogen werden muß. Die Bestimmung der inneren Gefügestörung war noch nicht ausreichend geklärt. Im Teil 2 [33, 35] wurden daher die Einflüsse auf die Prüfung der inneren Gefügestörung des Betons ermittelt und geeignete Prüfverfahren festgelegt.

Die Untersuchungen der Teile 1 (Abwitterung) und 2 (Innere Gefügestörung) haben zu einigen Änderungen der Prüfverfahren geführt, zum Beispiel beim Plattenverfahren zur Herabsetzung der Minimumtemperatur des Frost-Tau-Zyklus von  $-18^{\circ}\text{C}$  auf  $-20^{\circ}\text{C}$  [36]. Für die Prüfung des Frostwiderstands wurde bei allen Verfahren einheitlich als Prüfmedium demineralisiertes Wasser vorgeschrieben.

Nach Abschluß der Teile 1 und 2 des Forschungsprogramms wurden die Prüfverfahren genauer beschrieben und im dritten Teil des Forschungsprojekts ein weiterer europäischer Ringversuch durchgeführt [34, 35]. Ziel dieses Ringversuchs war es, die Meßergebnisse der einzelnen Prüfanstalten (Wiederholpräzision) als auch die der Prüfanstalten untereinander (Vergleichpräzision) zu vergleichen und für die einzelnen Prüfverfahren Präzisionsdaten anzugeben.

## 5 Europäischer Ringversuch

### 5.1 Allgemeines

Zusätzlich zu den acht Partnern des europäischen Forschungsprojekts (Tafel 1) haben weitere 17 Prüfanstalten (Tafel 2) am Ringversuch teilgenommen. Die Ergebnisse sowie alle Meßdaten dieses Ringversuchs sind in [34, 35] enthalten.

Basierend auf den Ergebnissen der Teile 1 (Abwitterung) und 2 (Innere Gefügestörung) wurden für die Prüfung der Abwitterung bei Frost- bzw. Frost-Tausalz-Angriff das Platten-, das Würfel- und das CF-/CDF-Verfahren ausgewählt. Die innere Gefüge-

Tafel 2: Weitere Institute des europäischen Ringversuches  
Tab. 2: Further institutes participating the European round robin test

Land Country	Institut Institute
Belgien Belgium	CRIC - Centre National de Recherches Scient., Brüssel
Deutschland Germany	Forschungsgemeinschaft Eisenhüttenschlacken e.V., Forschungsinstitut, Duisburg-Rheinhausen
	Philipp Holzmann AG, Zentrales Baustofflabor, Neu-Isenburg
	Forschungs- und Materialprüfungsanstalt Baden-Württemberg, Otto-Graf-Institut - Abteilung I - Baustoffe, Stuttgart
	Dyckerhoff Zement GmbH, Wilhelm Dyckerhoff Institut für Baustofftechnologie, Wiesbaden
	Heidelberger Zement AG, Forschung, Entwicklung und Beratung, Leimen
	Materialforschungs- und Prüfanstalt der Bauhaus-Universität Weimar, Fachgebiet Baustoffe, Weimar
	SAFA Saarfiterasche-Vertriebs-GmbH & Co. KG, Baden-Baden
	E. Schwenk Zementwerke KG, Ulm
	Bundesanstalt für Wasserbau (BAW), Karlsruhe
	Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Abt. VII 102, Berlin
	Technische Universität München, Institut für Baukonstruktion und Baustoffe, München
Island Iceland	Rannsóknastofnun - Byggingaridnadarins, The Icelandic Building Research Institute (IBRI), Reykjavik
Niederlande Netherlands	Eerste Nederlandse Cement Industrie (ENCI) N. V., Maastricht
Norwegen Norway	Byggforsk, Norwegian Building Research Institute, Oslo
Österreich Austria	Lafarge Centre Technique Europe Centrale GmbH, Prüfanstalt Mannersdorf, Mannersdorf
Schweiz Switzerland	Eidgenössische Materialprüfungs- und Forschungsanstalt (EMPA), Abt. Beton/Bindemittel, Dübendorf

pean round robin test was carried out in the third part of this programme [34, 35]. This final round robin test should make it possible to compare the results measured in the individual laboratories and to compare the results of the different laboratories. It was also the intention to determine "precision data".

## 5 European Round robin test

### 5.1 General

In addition to the eight partners of the European research project (Tab.1) further 17 institutes (Tab. 2) participated in the round robin test. Results achieved within the round robin test (work package 3) are published in [34, 35] containing all raw data.

Based on the results of work packages 1 and 2 the Slab-, Cube- and CF-/CDF-tests were chosen for testing scaling while for characterizing the internal deterioration the CIF- and the Beam-tests were used. The concrete compositions for testing scaling with and without de-icing salt as well as those for testing internal deterioration are listed in Tab. 3.

Tab. 4 shows the number of laboratories which have performed the different test methods within the round robin test. It even shows the number of European countries which the laboratories came from. Furthermore the acceptance criteria for the different test methods can be taken from Tab. 4.

### 5.2 Evaluation of precision data

The statistical analysis was done according to ISO 5725-2 [38]. For the first evaluation of the results of the round robin test all data have been included. Only real outliers calculated according to ISO 5725 using Mandel's k- and h-statistic, Cochran's test, Grubb's test as single high/low and double high/low were skipped. On the basis of these data a statistical calculation has been done.

störung bei Frostangriff wurde mit Hilfe des CIF-Verfahrens und des Balkenverfahrens geprüft. Die Betonrezepturen, die für die Prüfung des Frost- bzw. des Frost-Tausalz-Widerstands ausgewählt wurden, sind in Tafel 3 zusammengestellt.

Tafel 4 enthält die Anzahl der Prüfanstalten, die die jeweiligen Prüfverfahren des Ringversuchs durchgeführt haben. Sie enthält ebenfalls die Anzahl der Länder, aus denen die Prüfanstalten stammen. Darüber hinaus sind in Tafel 4 die unterschiedlichen Beurteilungskriterien (Grenzwerte) für die einzelnen Prüfverfahren zusammengestellt.

### 5.2 Ermittlung der Präzisionsdaten

Die statistische Auswertung wurde entsprechend den Richtlinien der ISO 5725-2 [38] durchgeführt. Im Rahmen der ersten Auswertung wurden alle ermittelten Prüfergebnisse mit einbezogen. Die auf dieser Datengrundlage gemäß ISO 5725 berechneten Ausreißer, ermittelt durch Mandel's k- und h-Statistik, Cochran's Test, Grubb's Test als einfach oben/unten und doppelt oben/unten, wurden in die weitere statistische Auswertung nicht mit einbezogen. Auf dieser Datengrundlage wurde die abschließende statistische Auswertung durchgeführt.

Die Bestimmung der Präzisionsdaten, die sich auf die Beurteilungskriterien (Grenzwerte) der Prüfverfahren (Tafel 4) beziehen, wird im folgenden für die Betonrezeptur 2.2 erläutert, an der die Abwitterung infolge Frost-Tausalz-Angriff mit dem Platten-, dem Würfel- und dem CDF-Verfahren bestimmt wurde. Für diese Betonrezeptur wurden Abwitterungsmengen bestimmt, die für alle Prüfverfahren das jeweilige Beurteilungskriterium überschritten haben. Werden bei der Bestimmung des

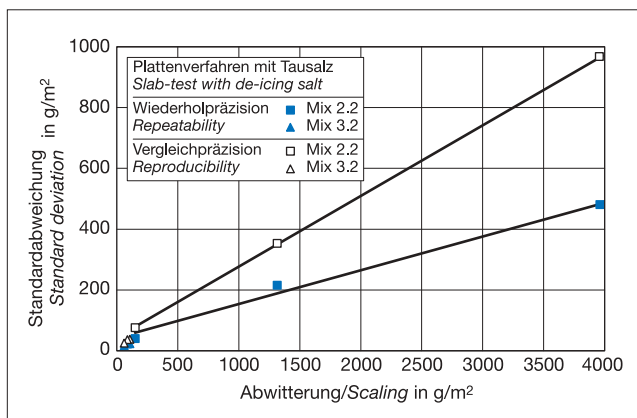


Bild 1: Zusammenhang zwischen Abwitterungsmenge und Standardabweichung für das Plattenverfahren [34]

Fig. 1: Relation between scaling and standard deviation for Slab-test [34]

The determination of the precision data concerning the acceptance criteria of the test method used (table 4), will exemplarily be explained for mixture 2.2 when scaling with de-icing salt was investigated by Slab-, CDF- and Cube-tests. For mixture 2.2 scaling values were measured exceeding the acceptance criteria. For the case that the scaling rates fell below the acceptance criteria significantly a calculation of the precision data for the specific value of the acceptance criteria is impossible. An extrapolation of a

Tafel 3: Betonrezepturen im Ringversuch

Tab. 3: Concrete mixtures used in the round robin test

Mischung Mixture	Zementart Type of cement	w/z-Wert w/c-ratio	Zement Cement	Wasser Water	Zuschlag Aggregates	Luftporenbildner Air entrainment
			kg/m <sup>3</sup>	kg/m <sup>3</sup>	kg/m <sup>3</sup>	%
2.2	CEM I 42,5 R	0.45	410	184.5	1771	-
3.2	CEM I 42,5 R	0.55	330	181.5	1781	4.0
4.1a	CEM I 32,5 R	0.60	300	180.0	1835	-
4.31	CEM II/A-L 42,5 R	0.55	310	171.0	1975	-

Tafel 4: Prüfverfahren – Anzahl der Institute – Beurteilungskriterium

Tab. 4: Test methods – Number of institutes – Acceptance criteria

Prüfverfahren Test method	Prüfbedingungen Test conditions	Anzahl der Institute Number of institutes	Anzahl der Länder Number of countries	Beurteilungskriterium Acceptance criteria	Literatur Reference
Plattenverfahren Slab-test	mit Tausalz with de-icing salt	11	10	1 000 g/m <sup>2</sup> / 56 FTC <sup>1)</sup>	[1, 11]
	ohne Tausalz without de-icing salt	8	7	1 000 g/m <sup>2</sup> / 56 FTC	[1, 11]
Würfelverfahren Cube-test	mit Tausalz with de-icing salt	7	3	3 M.-% / 56 FTC	[11, 14]
	ohne Tausalz without de-icing salt	7	3	5 (10) M.-% / 100 FTC	[11, 14]
CDF-Verfahren CDF-test	mit Tausalz with de-icing salt	9	4	1 500 g/m <sup>2</sup> / 28 FTC	[11, 17]
CF-Verfahren CF-test	ohne Tausalz without de-icing salt	10	4	2 000 g/m <sup>2</sup> / 56 FTC	[11, 16]
CIF-Verfahren CIF-test	ohne Tausalz without de-icing salt	10	4	$\Delta E_{dyn} < 40\%$ / 56 FTC	[18, 37]
Balkenverfahren Beam-test <sup>2)</sup>	ohne Tausalz without de-icing salt	5	3	-12 % <sup>4)</sup> / 56 FTC	[2]
Balkenverfahren Beam-test <sup>3)</sup>	ohne Tausalz without de-icing salt	4	3	-12 % <sup>4)</sup> / 56 FTC	[2]

<sup>1)</sup> FTC = Frost-Tau-Zyklus

<sup>2)</sup> Messung der Schalllaufzeit in Längsachse

<sup>3)</sup> Messung der Resonanzfrequenz

<sup>4)</sup> Qualitätsabfall

<sup>1)</sup> FTC = Freeze-thaw cycles

<sup>2)</sup> Longitudinal acoustic transit time measurement

<sup>3)</sup> Resonance frequency measurement

<sup>4)</sup> Quality decrease

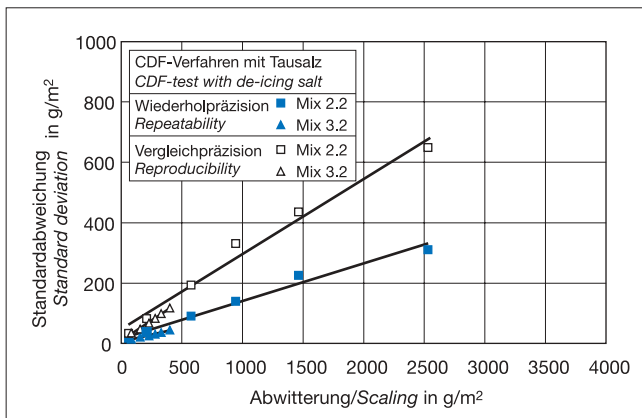


Bild 2: Zusammenhang zwischen Abwitterungsmenge und Standardabweichung für das CDF-Verfahren [34]  
 Fig. 2: Relation between scaling and standard deviation for CDF-test [34]

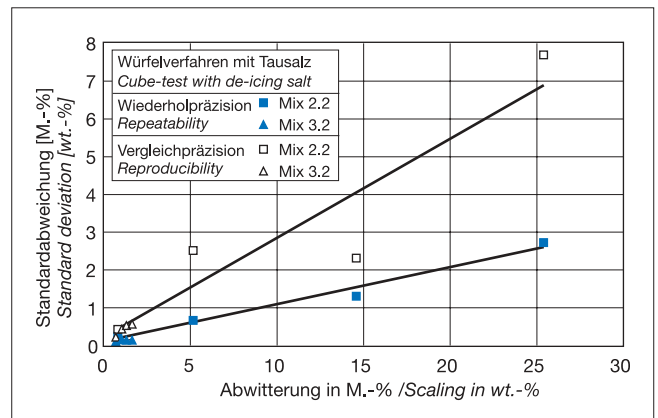


Bild 3: Zusammenhang zwischen Abwitterungsmenge und Standardabweichung für das Würfelverfahren [34]  
 Fig. 3: Relation between scaling and standard deviation for Cube-test [34]

Frostwiderstands Abwitterungsmengen ermittelt, die deutlich unter dem Beurteilungskriterium des jeweiligen Prüfverfahrens liegen, ist die Angabe von auf das Beurteilungskriterium bezogenen Präzisionsdaten nicht möglich. Ein Extrapolieren ist nicht zulässig.

### 5.3 Ergebnisse

#### 5.3.1 Abwitterung infolge Frost-Tausalz-Angriff

Bei der Bestimmung der Präzisionsdaten wurde nach ISO 5725 zunächst der Zusammenhang zwischen Abwitterungsmenge (Mittelwert aller Prüfanstalten  $m$ ) und der Standardabweichung ( $s_r$ ,  $s_R$ ) überprüft. Wie aus den Bildern 1 bis 3 hervorgeht, besteht ein linearer Zusammenhang. Da die Standardabweichung mit steigenden Abwitterungsmengen zunimmt, das heißt, daß sie keinen konstanten Wert annimmt, können mit der Standardabweichung die Präzisionsdaten nicht bestimmt werden (siehe ISO 5725). In diesen Fällen ist der Variationskoeffizient zur Ermittlung der Präzisionsdaten heranzuziehen. Die Bilder 4 bis 6 zeigen den Zusammenhang zwischen Abwitterungsmengen (Mittelwert aller Prüfanstalten  $m$ ) und dem Variationskoeffizienten ( $v_r$ ,  $v_R$ ). In Übereinstimmung mit ISO 5725 wurde für die Beziehung zwischen Abwitterungsmenge und Variationskoeffizient eine Potenzfunktion ermittelt.

Die Präzisionsdaten, die auf das Beurteilungskriterium des jeweiligen Prüfverfahrens – 1 500 g/m<sup>2</sup> für das CDF-Verfahren, 1 000 g/m<sup>2</sup> für das Plattenverfahren und 3 M.-% für das Würfelverfahren – bezogen wurden, können anhand der in den Bildern 4

functional relationship determined with low scaling values to the values of the acceptance criteria is not allowed.

### 5.3 Results

#### 5.3.1 Scaling due to freeze-thaw attack with de-icing salt

In a first step it was looked at the relation between scaling (general mean  $m$ ) and standard deviation ( $s_r$ ,  $s_R$ ) determined according to ISO 5725. As shown in Fig. 1 to 3 the standard deviation can be expressed as linear function of general mean. Due to increasing standard deviation with increasing scaling rates, the standard deviation is unsuitable for describing the precision data for these test methods and the coefficient of variation has to be taken therefore. Fig. 4 to 6 show the relationship between scaling (general mean  $m$ ) and coefficient of variation ( $v_r$ ,  $v_R$ ). In accordance with ISO 5725 a potential relationship was determined.

The precision data for the acceptance criteria of the test method – 1 500 g/m<sup>2</sup> for CDF-test, 1 000 g/m<sup>2</sup> for Slab-test and 3 wt.-% for Cube-test – can be estimated from Fig. 4 to 6, leading to repeatability values for the coefficient of variation of 14, 17 resp. 18 for CDF-, Slab- resp. Cube-test and to reproducibility values for the coefficient of variation of 29, 31 resp. 38 for CDF-, Slab- resp. Cube-test. Fig. 7 shows the comparison of the three test methods investigated for scaling with de-icing salt.

According to the results in this round robin test it can be concluded that the differences in reproducibility and repeatability between the three test methods are so small that the methods can be regarded as nearly equally precise. The results of the round robin

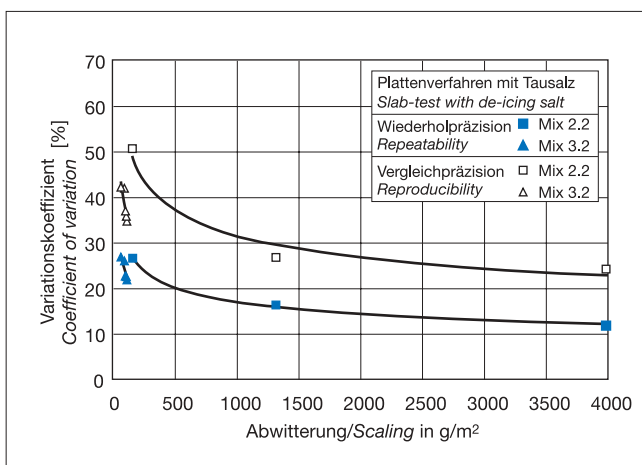


Bild 4: Zusammenhang zwischen Abwitterungsmenge und Variationskoeffizient für das Plattenverfahren [34]  
 Fig. 4: Relation between scaling and coefficient of variation for Slab-test [34]

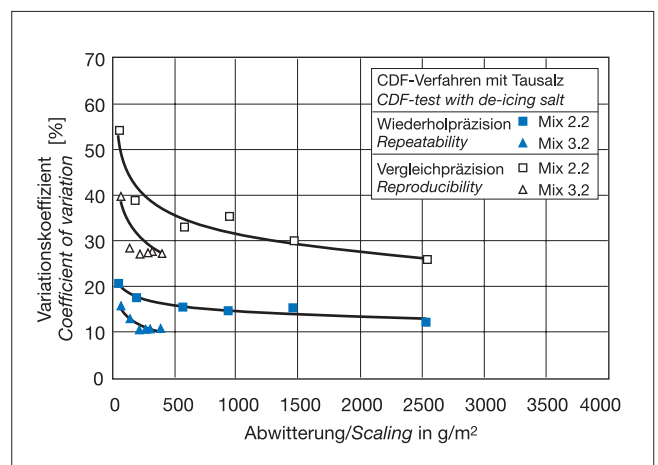


Bild 5: Zusammenhang zwischen Abwitterungsmenge und Variationskoeffizient für das CDF-Verfahren [34]  
 Fig. 5: Relation between scaling and coefficient of variation for CDF-test [34]

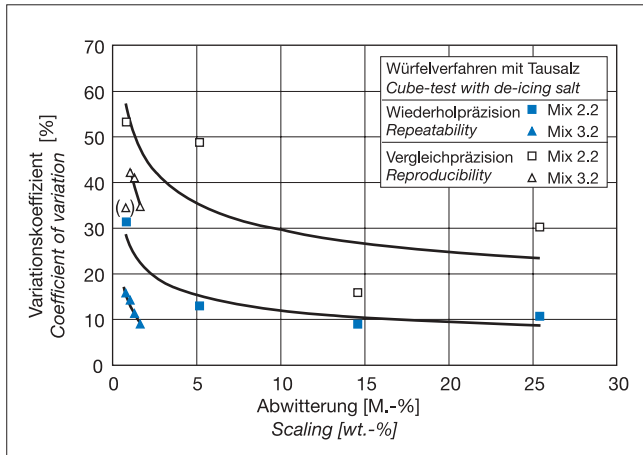


Bild 6: Zusammenhang zwischen Abwitterungsmenge und Variationskoeffizient für das Würfelverfahren [34]  
 Fig. 6: Relation between scaling and coefficient of variation for Cube-test [34]

bis 6 eingetragenen Regressionskurven bestimmt werden. Für das CDF-, das Platten- bzw. das Würfelverfahren wurden für die Wiederholpräzision Variationskoeffizienten von 14 %, 17 % bzw. 18 % und für die Vergleichspräzision Variationskoeffizienten von 29 %, 31 % bzw. 38 % ermittelt. Die Ergebnisse sind in Bild 7 zusammengestellt.

Die in diesem Ringversuch erzielte Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse liegen in einer Größenordnung, in der die Unterschiede zwischen den drei angewandten Prüfverfahren als gering einzustufen sind und damit die Verfahren als etwa gleich präzise betrachtet werden können. Im Ringversuch wurde bestätigt, daß alle drei Prüfverfahren geeignet sind, eine Ja/Nein-Entscheidung hinsichtlich des Widerstands von Beton gegenüber Frost- bzw. Frost-Tausalz-Angriff zu erzielen.

### 5.3.2 Abwitterung infolge Frostangriff

Bei der Bestimmung der Abwitterung beim Frostangriff ohne Tausalzeinwirkung wurden nur sehr geringe Abwitterungsmengen mit dem Platten- und dem Würfelverfahren ermittelt, die weit unter den Werten der Beurteilungskriterien der jeweiligen Prüfverfahren lagen. Bild 8 zeigt für das Plattenverfahren und Bild 9 für das CF-Verfahren den Zusammenhang zwischen der Abwitterungsmenge (Mittelwert aller Prüfanstalten  $m$ ) und dem Variationskoeffizienten ( $v_r$ ,  $v_R$ ). Für die sehr niedrigen Abwitterungsmengen, die im Würfelverfahren ermittelt wurden ( $< 0,6$  M.-%), konnte keine Regressionsanalyse durchgeführt werden.

Im Vergleich zu den auf das Beurteilungskriterium bezogenen Abwitterungsmengen im Platten- und im Würfelverfahren wurden bei der Prüfung mit dem CF-Verfahren für die beiden geprüften Betonrezepturen 4.1a und 4.31 deutlich höhere Abwitterungsmengen ermittelt. Dieser signifikante Unterschied zwischen den ermittelten Abwitterungsmengen der verschiedenen Prüfverfahren muß weiter untersucht werden. Die Abwitterungsmengen nach 56 Frost-Tau-Zyklen haben jedoch auch beim CF-Verfahren den Grenzwert des Beurteilungskriteriums nicht überschritten (Beurteilungskriterium CF-Verfahren:  $2\,000\text{ g/m}^2$  nach 56 Frost-Tau-Zyklen gemäß [37]).

Da für kein Verfahren bei der Prüfung des Frostwiderstands ohne Tausalz Abwitterungsmengen nahe dem Beurteilungskriterium ermittelt wurden, ist die Angabe von Präzisionsdaten bezogen auf den Wert des Beurteilungskriteriums nicht möglich. Ferner ist bekannt, daß die Variationskoeffizienten bei derart niedrigen Abwitterungsmengen, wie sie beispielsweise mit dem Plattenverfahren bestimmt wurden, zu hohen Wiederhol- und Vergleichsstreuungen führen müssen. Aus diesem Grund sollten die ermittelbaren Präzisionsdaten aus den vorliegenden Ergebnissen mit der gebotenen Vorsicht genutzt werden, wenn es darum geht, diese Prüfverfahren miteinander zu vergleichen oder eine geeignete Prüfmethode auszuwählen. Es müs-

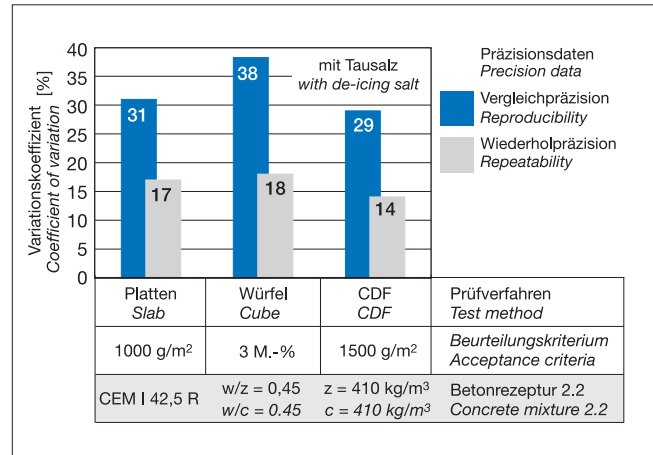


Bild 7: Vergleich der drei Verfahren für die Prüfung des Frost-Tausalz-Widerstands (Betonrezeptur 2.2)  
 Fig. 7: Comparison of the three test methods for investigation scaling with de-icing salt (Concrete mixture 2.2)

test has shown that all three test methods are suitable for testing freeze-thaw attack leading to a yes or no statement concerning the resistance to freeze-thaw attack.

### 5.3.2 Scaling due to freeze-thaw attack without de-icing salt

When scaling without de-icing salt was investigated the scaling values determined by the test methods Slab- and Cube-test were very low and fell below the acceptance criteria significantly. Fig. 8 for Slab-test and Fig. 9 for CF-test show the relationship between scaling (general mean  $m$ ) and coefficient of variation ( $v_r$ ,  $v_R$ ). For the low scaling values ( $< 0,6$  wt.-%) determined by Cube-test no functional relationship can be calculated.

In CF-test both test series 4.1a and 4.31 have shown much higher scaling values related to the acceptance criteria in comparison to Slab- and Cube-test. Nevertheless the determined scaling values were ranging below the acceptance criteria of CF-test ( $2\,000\text{ g/m}^2$  after 56 FTC according to [37]).

For that reason calculation of precision data for the specific value of the acceptance criteria is impossible for the results achieved for scaling without de-icing salt. It is necessary to gain more experience and to obtain more precision data before values for precision data concerning the specific value of the acceptance criteria can be indicated.

Furthermore it is clear, that at such low scaling levels the values for repeatability and reproducibility are very high for all test

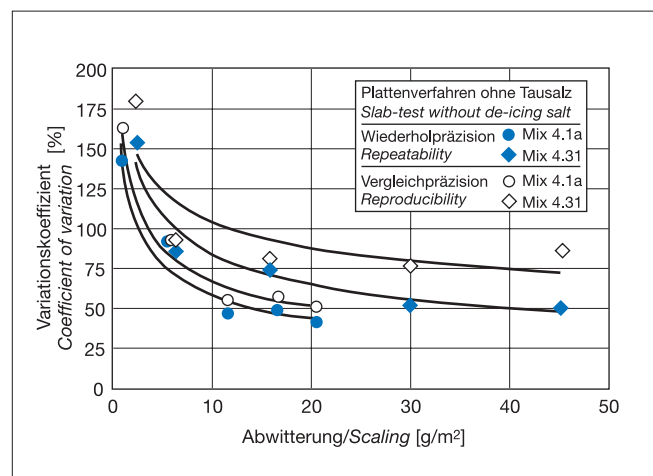
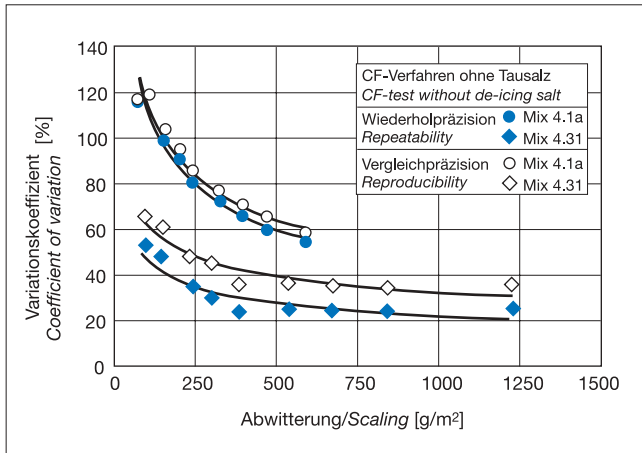


Bild 8: Zusammenhang zwischen Abwitterungsmenge und Variationskoeffizient für das Plattenverfahren [34]  
 Fig. 8: Relation between scaling and coefficient of variation for Slab-test [34]



**Bild 9:** Zusammenhang zwischen Abwitterungsmenge und Variationskoeffizient für das CF-Verfahren [34]  
**Fig. 9:** Relation between scaling and coefficient of variation for CF-test [34]

sen für die Prüfung des Frostwiderstands weitere Erfahrungen gesammelt werden, bevor gesicherte Präzisionsdaten angegeben werden können.

### 5.3.3 Innere Gefügestörung infolge Frostangriff

Die Ergebnisse des Ringversuchs zur Bestimmung der inneren Gefügestörung bei der Frostprüfung für die Betonrezepturen 4.1a und 4.31 mit dem CIF- und dem Balkenverfahren ist in den Bildern 10 und 11 dargestellt. Zur Beurteilung des Frostwiderstands verwendet das CIF-Verfahren den relativen dynamischen Elastizitätsmodul, während das Balkenverfahren eine sogenannte Qualitätsänderung heranzieht. Da die beiden Prüfverfahren unterschiedliche Kennwerte zur abschließenden Beurteilung des Frostwiderstands verwenden, ist ein direkter Vergleich der Verfahren nicht möglich. Dieser Vergleich wäre dann möglich, wenn für beide Verfahren die Schalllaufzeit als Kennwert angegeben würde. Da im Rahmen des Ringversuchs nur wenige Prüfanstalten das Balkenverfahren durchgeführt haben, ist eine gesicherte Aussage über dieses Prüfverfahren schwierig.

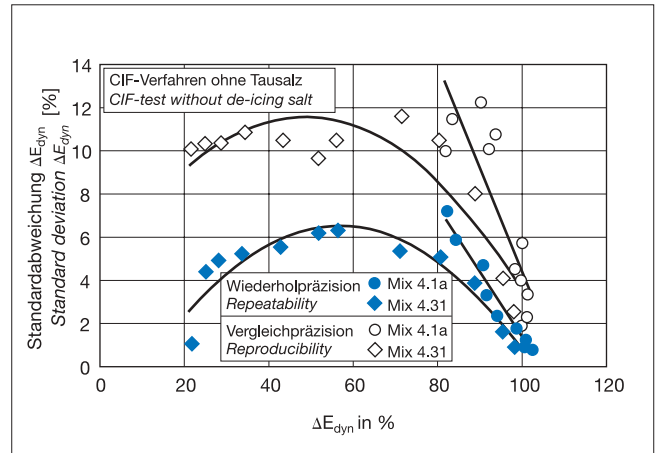
Die Ergebnisse des Ringversuchs haben jedoch gezeigt, daß beide Prüfverfahren, sowohl das CIF- als auch das Balkenverfahren, geeignet sind, die durch Frostangriff hervorgerufene innere Gefügestörung zu erfassen. Derzeit ist es möglich, mit beiden Verfahren eine Ja/Nein-Entscheidung hinsichtlich des Widerstands eines Laborbetons gegenüber einem Frostangriff zu treffen. Der Praxisbezug fehlt jedoch. Für Aussagen hinsichtlich einer quantitativen Beurteilung der inneren Gefügestörung sind weitere Forschungsarbeiten notwendig.

## 6 Schlußfolgerung

Die Ergebnisse des europäischen Ringversuchs haben ergeben, daß für die Prüfung des Frost-Tausalz-Widerstands mit Ermittlung der Abwitterungsmenge die Präzisionsdaten für die Wiederholbarkeit zwischen 14 % und 18 % und für die Vergleichbarkeit zwischen 29 % und 38 % liegen. Bei Präzisionsdaten in dieser Größenordnung können die Prüfverfahren als ungefähr gleich genau eingestuft werden.

Für die Prüfung des Frostwiderstands ohne Tausalz mit Ermittlung der Abwitterungsmenge können derzeit keine Präzisionsdaten angegeben werden, da die ermittelten Abwitterungsmengen sehr gering waren und zum Teil deutlich unterhalb des Beurteilungskriteriums lagen.

Die Untersuchungen hinsichtlich der inneren Gefügestörung bei Frostangriff haben gezeigt, daß das CIF- und das Balkenverfahren geeignet sind, eine Ja/Nein-Entscheidung bei der Beurteilung des Frostwiderstands zu treffen. Für Aussagen hinsichtlich einer quantitativen Beurteilung der inneren Gefügestörung sind weiterführende Forschungsarbeiten notwendig.



**Bild 10:** Zusammenhang zwischen relativem dynamischen E-Modul und Standardabweichung für das CIF-Verfahren [34]  
**Fig. 10:** Relation between relative  $E_{dyn}$  and standard deviation for CIF-test [34]

methods. Therefore the precision data for scaling without de-icing salt from this round robin test should be used with caution when comparing or choosing a suitable test method.

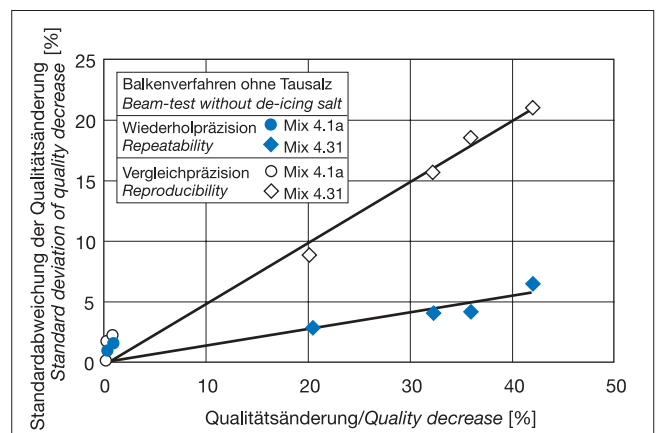
### 5.3.3 Internal deterioration due to freeze-thaw attack without de-icing salt

The evaluation of the round robin test for CIF- and Beam-test is shown in Fig. 10 and 11 for mixtures 4.1a and 4.31. The assessment criteria for CIF-test is the relative dynamic modulus of elasticity while for Beam-test the quality change expressed by acoustic transit time is the assessment criteria. Dealing with these two parameters it is impossible to compare these tests methods directly. A comparison could be possible when the acoustic transit time for CIF- and for Beam-test would be available. Due to less laboratories participating the round robin test for the Beam-test a secure statement concerning this test method is difficult.

So far the round robin test has shown that the two test methods CIF- and Beam-test are suitable for testing internal deterioration leading to a yes or no statement concerning the freeze-thaw resistance of a lab-concrete. A correlation to practice does not exist at the moment. To achieve a quantitative statement further research work is needed.

## 6 Conclusion

For investigation scaling due to freeze-thaw attack with de-icing salt the round robin test showed that the precision data for the coefficient of variation for repeatability was in the range from 14 %



**Bild 11:** Zusammenhang zwischen Qualitätsänderung und Standardabweichung für das Balkenverfahren [34]  
**Fig. 11:** Relation between quality decrease and standard deviation for Beam-test [34]

Ferner sollte berücksichtigt werden, daß ein unmittelbarer Vergleich der mit den in verschiedenen Prüfverfahren ermittelten Werte nicht immer gegeben ist. Die Vergleichbarkeit der Meßergebnisse der unterschiedlichen Prüfverfahren und die Übertragbarkeit der unter Laborbedingungen (Zeitrafferversuche) erzielten Ergebnisse auf die baupraktischen Verhältnisse sollte in weiterführenden Untersuchungen geklärt werden.

to 18 % and for reproducibility between 29 % to 38 %. The test methods can be regarded as being nearly equally precise.

Due to very low scaling rates calculation of precision data for the specific value of the acceptance criteria was impossible for the results achieved for scaling without de-icing salt.

Testing the internal deterioration the round robin test has shown that the two test methods CIF- and Beam-test are suitable leading to a yes or no statement concerning the assessment of freeze-thaw attack. To achieve a quantitative statement further research work is needed.

Furthermore it should be taken into account that a comparison of the different test methods is not necessarily given. Especially the questions concerning the comparability of the results achieved by different test methods and the applicability of results achieved under laboratory conditions to practical conditions have to be clarified by further investigations.

## Literatur

- [1] S 137244 03.95. Concrete testing; Hardened concrete; Scaling at freezing. Swedish Standard, Stockholm, Sweden
- [2] ÖNORM B 3306 09.82. Prüfung der Frost-Tausalz-Beständigkeit von vorgefertigten Betonzeugnissen. Austrian Standard, Wien, Österreich
- [3] P 18-420 06.95. Bétons; Essai d'écaillage des surfaces de béton durci exposées au gel en présence d'une solution saline (Concrete; Scaling test for hardened concrete surfaces exposed to frost in the presence of a salt solution). French Standard, Paris, France
- [4] Bunke, N.: Prüfung von Beton – Empfehlungen und Hinweise als Ergänzung zu DIN 1048. Berlin: Beuth. – In: Schriftenreihe des Deutschen Ausschusses für Stahlbeton (1991), No. 422, pp.12-15
- [5] ÖNORM B 3303 03.83. Betonprüfung (Abschn. 6.9, Frostbeständigkeit; Abschn. 6.10 Frost-Tausalz-Beständigkeit). Austrian Standard, Wien, Österreich
- [6] P 18-424 10.94. Bétons; Essai de gel sur béton durci; Gel dans l'eau; Dégel dans l'eau (Concrete; Freeze test on hardened concrete; Freeze in water; Thaw in water). French Standard, Paris, France
- [7] P 18-425 10.94. Bétons; Essai de gel sur béton durci. Gel dans l'air; Dégel dans l'eau (Concrete; Freeze test on hardened concrete; Freeze in air; Thaw in water). French Standard, Paris, France
- [8] UNI 7087-72: Calcestruzzo; Determinazione della resistenza alla degradazione per cili di gelo e disgelo (Concrete; Determination of resistance to freezing and thawing). Norma Italia, Milano, Italia
- [9] Freeze-thaw durability of concrete. London: E. & F.N. Spon. Proceedings of the International Workshop in the Resistance of Concrete to Scaling due to Freezing in the Presence of De-icing Salts and of the International Workshop on Freeze-Thaw and De-icing Resistance of Concrete, RILEM Proceedings No. 30 (Marchand, J.; Pigeon, M.; Setzer, M.J. (Ed.)), 1997
- [10] Frost Resistance of Concrete. London: E. & F.N. Spon. Proceedings of the International RILEM Workshop on Resistance of Concrete to Freezing and Thawing with and without De-icing Chemicals, University of Essen, September 22-23, 1997, RILEM Proceedings No. 34, (Setzer, M. J.; Auberg, R. (Ed.)), 1997
- [11] CEN TC 51, Document CEN TC 51/WG 12/TG 4 : 04/99. Test methods for the freeze-thaw resistance of concrete – Test with water or with sodium chloride solution. Part 1: Scaling
- [12] Petersson, P.-E.: Scaling resistance of concrete. Testing according to SS 137244. In: Freeze-thaw and de-icing resistance of concrete. Rilem Research Seminar Lund, Sweden, June 17, 1991. Report TVBM-3048, Lund, 1992 (Fagerlund, G., Setzer, M.J. (Ed.))
- [13] Petersson, P.-E.: Scaling resistance tests of concrete - Experience from practical use in Sweden. In: [9], 1997, pp. 211-222
- [14] Siebel, E.: Frost- und Frost-Tausalz-Widerstand von Beton – Beurteilung mittels Würfelverfahren. – Freeze-thaw resistance of concrete with and without de-icing salt – Assessment by the cube method. In: Beton 42 (1992), No. 9, pp. 496-501
- [15] Hartmann, V.: Optimierung und Kalibrierung der Frost-Tausalz-Prüfung von Beton – CDF-Test. Universität-Gesamthochschule Essen, 1993, Dissertation
- [16] Setzer, M.J.: RILEM Draft recommendation for test method for the freeze-thaw resistance of concrete. Tests with water (CF) or with sodium chloride solution (CDF). RILEM 117-FDC Freeze-thaw and de-icing resistance of concrete. In Materials and Structures 28 (1995), pp. 175-182
- [17] Setzer, M. J. ; Fagerlund, G.; Janssen, D. J.: RILEM Recommendation for test method for the freeze-thaw resistance of concrete – Tests with sodium chloride solution (CDF). In: Concrete Precasting Plant and Technology 63 (1997), No. 4, pp. 100-106
- [18] Setzer, M. J. ; Auberg, R.: CIF-Test – Prüfverfahren des Frostwiderstands von Beton – Capillary suction – Internal damage and freeze thaw test. In: Concrete Precasting Plant and Technology 64 (1998), No. 4, pp. 94-105
- [19] Auberg, R.: Zuverlässige Bestimmung des Frost- und Frost-Tausalz-Widerstands. Universität-Gesamthochschule Essen, 1998, Dissertation
- [20] Siebel, E.; Neck, U.: Durability of paving setts and flagstones. In: Concrete Precasting Plant and Technology 56 (1990), No. 8, pp. 34-38
- [21] BRITE Project P-2085: Freeze/thaw durability of concrete block paving. Final Technical Report (BRITE contract RI 1B-0235-C(TT)), February 1993
- [22] Setzer, M. J.; Schrage, I.: Testing for frost de-icing salt resistance of concrete paving blocks. In: Concrete Precasting Plant and Technology 57 (1991), No. 6, pp. 58-69
- [23] Setzer, M. J.; Auberg, R.: Frost-Tausalz-Widerstand von Betonpflastersteinen – Korrelation und Vergleich zwischen dem CDF Test und dem Slab Test. Universität-Gesamthochschule Essen, Forschungsberichte aus dem Fachbereich Bauwesen No. 56, 1994
- [24] CEN TC 178, Document CEN TC 178/WG 1: Concrete paving blocks, flag and cerves.
- [25] prEN 1338 02.94. Pflastersteine aus Beton (Concrete Paving Block).
- [26] prEN 1339 02.94. Pflasterplatten aus Beton (Precast Concrete Flag).
- [27] prEN 1340 02.94. Bordsteine aus Beton (Concrete Kerb Units).
- [28] Siebel, E.; Reschke, T.: First European round robin test – Freeze-thaw resistance of concrete with and without de-icing salt. Forschungsinstitut der Zementindustrie, Report No. B 1442/1, Düsseldorf, Juni 1993.
- [29] Siebel, E.; Reschke, T.: Three different methods for testing the freeze-thaw resistance of concrete with and without de-icing salt - European Round Robin Test. In: International RILEM workshop on the Resistance of Concrete to Scaling due to Freezing in the Presence of De-icing Salts. Centre de recherche interuniversitaire sur le béton (CRIB), Université de Sherbrooke – Université Laval, Sainte-Foy (Québec), August 30-31, 1993, pp. 75-91
- [30] Siebel, E.; Reschke, T.: Second European round robin test – Freeze-thaw resistance of concrete with and without de-icing chemicals. Forschungsinstitut der Zementindustrie, Report No. B 1489/1, Düsseldorf, November 1993.
- [31] Kukko, H.; Paroll, H.: Round robin tests on concrete frost resistance. In: [9], 1997, pp. 223-230
- [32] Siebel, E.; Gräf, H.: Standard methods for testing the resistance of concrete to freezing and thawing – Scaling. Milestone Report Work Package 1, European Research Project MAT1-CT94-0055, Forschungsinstitut der Zementindustrie, Report No. B 1489/1, Düsseldorf, Februar 1997
- [33] Siebel, E.; Gräf, H.: Standard methods for testing the resistance of concrete to freezing and thawing – Internal deterioration. Milestone Report Work Package 2, European Research Project MAT1-CT94-0055, Forschungsinstitut der Zementindustrie, Report No. B 1489/2, Düsseldorf, Februar 1997
- [34] Breit, W.; Siebel, E.: Standard methods for testing the resistance of concrete to freezing and thawing – Round robin test. Milestone Report Work Package 3, European Research Project MAT1-CT94-0055, Forschungsinstitut der Zementindustrie, Report No. B 1489/3, Düsseldorf, Juni 1998
- [35] Siebel, E.; Breit, W.: Standard methods for testing the resistance of concrete to freezing and thawing – Final Report – Summarizing the results of Work Packages 1 to 3. European Research Project MAT1-CT94-0055, Forschungsinstitut der Zementindustrie, Report No. B 1489/4, Düsseldorf, Juni 1998
- [36] Petersson, P.-E.: Influence of minimum temperature on the scaling resistance of concrete. Part 1: Portland cement concrete. SP Swedish National Testing and Research Institute, Building Technology, SP Report 1994: 22
- [37] Zusätzliche Technische Vertragsbedingung für den Wasserbau – Leistungsverzeichnis 219 (ZTV-W LB 219) Juni 1997. (Additional technical contract specification for hydraulic structures in Germany)
- [38] ISO 5725 Part 1 12.94. Accuracy (trueness and precision) of measurements methods and results; General principles and definitions Part 2 12.94. -; Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method Part 3 12.94. -; Intermediate measures of the precision of a standard measurement method Part 4 12.94. -; Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method Part 6 12.94. -; Use in practise of accuracy values