

**Ignacy Jakubowicz
Karin Nilsson
AnnSofie Lindgren**

Interlabtest-

**Bestämning av sammansättning
hos gummimaterial genom termo-
gravimetrisk analys**

Abstract

Interlaboratory Test - Determination of Composition of Rubber Materials by Thermogravimetric Analysis

The composition of a rubber material is of crucial importance for the workability of the compound and the properties of the material. It is therefore important to be able to determine the composition of a rubber material with good accuracy and in a fast and simple way.

Thermogravimetric analysis (TGA) is a frequently used method within quality control. Laboratories which are using TGA have often developed their own methods for their own material. In most cases, the repeatability for those methods and compounds is known. There is, however, a lack of information regarding other compounds and for the reproducibility of the method.

The goal of this project has been to determine, by an Interlaboratory test, the reproducibility of the TGA-analysis of the vulcanisate rubber compositions. Analysis conducted in accordance with two different methods and of four various rubber materials were performed by ten participating laboratories. One of the methods used was ISO 9924-1. The other one was a method frequently used by the rubber industry, here designated "normal"-method. A comparison between those different methods regarding the reliability and conformity with reference values was done.

The investigation has shown that none of the methods gives an acceptable reproducibility. The best conformity with the contents measured and the theoretically calculated values is achieved for the nitrile rubber (NBR) analysed in accordance with the "normal"-method. In other measurements, the ISO-method corresponded more with the reference values and gave a better reproducibility than the "normal"-method.

Furthermore, the results show that none of the methods is suitable for the analysis of the chloroprene rubber as the contents measured strongly deviate from the theoretically calculated values. Determination of the total content organic and inorganic matter respectively gives significantly better conformity with the reference values and a better reproducibility than the determination of the content of the individual components. Particularly great deviation and distribution of the results was achieved in the determination of the content of carbon black and ash. In the determination of the content of CaCO₃ the distribution of the results is so extensive that the applicability of the method used must be strongly questioned.

Key words: Rubber, NR, EPDM, Nitrile rubber, Chloroprene rubber (CR), Thermal analysis, thermogravimetric analysis

**Sveriges Provnings- och
Forskningsinstitut**
SP Rapport 1995:66
ISBN 91-7848-593-2
ISSN 0284-5172
Borås 1995

**Swedish National Testing and
Research Institute**
SP Report 1995:66

Postal address:
Box 857, S-501 15 BORÅS,
Sweden
Telephone +46 33 16 50 00
Telex 36252 Testing S
Telefax + 46 33 13 55 02

Innehållsförteckning

Abstract	2
Innehållsförteckning	3
Förord	4
Sammanfattning	5
1 Bakgrund	7
2 Målsättning	8
3 Deltagande laboratorier	9
4 Experimentellt	10
4.1 Material	10
4.2 Utrustning	10
4.3 Provningsförfarande	10
4.3.1 "Normal"-metod	11
4.3.2 ISO 9924-1 "Rubber and rubber products- Determination of the composition of vulcanizates and uncured compounds by thermal gravimetry"	12
5 Resultat och diskussion	14
5.1 Statistiska beräkningar	14
5.2 Sammanställning av resultat	15
6 Slutsatser	19
Appendix 1	20
Appendix 2	24

Förord

Författarna vill tacka följande laboratorier som ställde upp med finansiering och bidrog med resultat till interlabtestet och även tacka för ett gott samarbete under projektet.

- Forsheda AB
- Trelleborg Building Products AB, division Värnamo Gummi
- Borealis Compounds AB
- HORDA Compound AB
- Mettler-Toledo AB
- Trelleborg AB
- SKEGA AB
- Chalmers Tekniska Högskola, Polymerteknologi
- SP, kemisk analys

Sammanfattning

Gummimaterialets sammansättning är av avgörande betydelse för bearbetningsförmågan hos blandningen och egenskaper hos materialet. Det är därför viktigt att på ett snabbt och enkelt sätt kunna med säkerhet bestämma sammansättningen hos ett gummimaterial.

Inom kvalitetskontroll är termogravimetrisk analys (TGA) en ofta använd metod. Laboratorier som använder TGA har i många fall utvecklat egna metoder för företagets egna blandningar. För dessa metoder och blandningar har man oftast en god uppfattning om repeatabiliteten. Det saknas dock uppgifter om andra material och om reproducerbarheten i metoden.

Målsättningen med projektet har varit att genom ett interlabtest bestämma reproducerbarheten vid bestämning av sammansättning hos vulkaniserade gummimaterial genom TGA-analys. Analyser utförda enligt två olika metoder av fyra olika gummiblandningar gjordes av de tio deltagande laboratorierna. Den ena metoden var ISO 9924-1 medan den andra var en av gummiindustrin vanligen använd metod som här kallas "normal"-metoden. En jämförelse mellan de olika metodernas tillförlitlighet och överensstämmelse med referensvärden kunde därför göras.

Undersökningen har visat att ingen av metoderna ger en godtagbar reproducerbarhet. Den bästa överensstämmelsen mellan de uppmätta och de teoretiskt beräknade halterna fås i analyser av nitrilgummi (NBR) enligt "normal"-metoden. I övriga fall gav ISO-metoden en bättre överensstämmelse med referensvärdena och en bättre reproducerbarhet än "normal"-metoden.

Av resultaten framgår vidare att ingen av metoderna är lämplig att användas för analys av kloroprenogummi (CR) då de uppmätta halterna avviker kraftigt från de teoretiskt beräknade. Bestämning av den totala halten organiskt respektive oorganiskt material ger betydligt bättre reproducerbarhet och överensstämmelse med referensvärden än bestämning av halten enskilda ingående komponenter. Särskilt stora skillnader och spridning i resultat fås vid bestämning av halten kivrök och aska. Vid bestämning av halten CaCO_3 är spridningen i resultat så stor att användbarheten av den använda metoden måste ifrågasättas.

1 Bakgrund

Gummimaterial tillverkas i en vulkaniseringsprocess där gummiblandningar, vanligen bestående av 8 till 15 olika komponenter, reagerar under tryck och värme. Standard-recept för de vanligaste polymererna innehåller normalt förutom polymeren och vulksystemet också kimrök, zinkoxid, stearinsyra, antioxidant, mjukgörare och utdryingkemikalier. Gummimaterialets sammansättning påverkar bearbetningsförmågan hos blandningen och egenskaper hos materialet. Det är därför viktigt att på ett snabbt och enkelt sätt med säkerhet kunna bestämma sammansättningen hos ett gummi-material.

Inom kvalitetskontroll är termogravimetrisk analys (TGA) en ofta använd metod för att snabbt bestämma sammansättningen hos gummimaterial. Metoden används framförallt för att bestämma halt mjukgörare, polymer, kimrök och aska (icke brännbara tillsatser).

Rent teoretiskt fungerar metoden bra för material, där polymeren vid nedbrytningen bildar lättflyktiga nedbrytningsprodukter. För polymerer som bildar högmolekylära kolhaltiga nedbrytningsprodukter gäller att dessa reagerar med syre och bildar koldioxid, vilket påverkar värdet av den erhållna halten kimrök.

Inom laboratorier som använder termogravimetrisk bestämning av sammansättning hos gummimaterial har man i många fall utvecklat egna metoder för sina egna blandningar. För dessa metoder har man oftast en god uppfattning om repeterbarheten för egna blandningar. Det saknas dock dokumentation och uppgifter om andra material och om reproducerbarheten i metoden.

En ny ISO-standard för bestämning av sammansättningen hos gummimaterial betecknad ISO 9924-1 "Rubber and rubber products - Determination of the composition of vulcanizates and uncured compounds by thermal gravimetry" har publicerats 1993. Standarden ger en god beskrivning av förfarandet men innehåller inga uppgifter beträffande reproducerbarheten hos metoden.

2 Målsättning

Målsättningen med projektet har varit att genom ett interlabtest bestämma reproducerbarheten vid bestämning av sammansättning hos vulkaniserat gummimaterial genom termogravimetrisk analys.

Analyser utförda enligt två olika metoder av fyra olika gummblandningar gjordes av de deltagande laboratorierna. Den ena metoden var en ISO-metod medan den andra var en av gummiindustrin vanligen använd metod. En jämförelse mellan de olika metodernas tillförlitlighet och överensstämmelse med referensvärden kunde därför göras.

En jämförelse mellan olika fabrikat av utrustning gjordes också i projektet.

3 Deltagande laboratorier

Följande laboratorier deltog i interlabtestet.

- Forsheda AB
- Trelleborg Building Products AB, division Värnamo Gummi
- Borealis Compounds AB
- HORDA Compound AB
- Mettler-Toledo AB
- Trelleborg AB
- SKEGA AB
- Chalmers Tekniska Högskola, Polymerteknologi
- SP, kemisk analys
- SP, polymerteknik

4 Experimentellt

4.1 Material

Inom projektets ram undersöktes fyra olika gummityper med följande sammansättningar. Receptet för respektive gummiblandning återfinns i appendix 2.

	EPDM	CR	NBR	NR
Halt flyktigt (%)	22,2	0,0	5,2	14,9
Halt organiska ämnen (%)	21,2	72,0	53,4	47,6
Halt kimrök (%)	33,2	21,0	36,5	32,5
Halt CaCO ₃	21,1	-	-	-
Halt aska (%)	2,3	7,0	4,9	5,0

Halterna som anges i tabellen är teoretiska värden beräknade från recepturen för gummiblandningarna.

4.2 Utrustning

Bestämning av sammansättning hos gummi material gjordes genom termogravimetrisk analys (TG). Följande typer av utrustning ingick i interlabtestet.

- Mettler TA 8000 med TG 50 (2 st laboratorier)
- Mettler TA 4000 med TG 50 (3 st laboratorier)*
- Perkin-Elmer TGA 7 (4 st laboratorier)*
- LECO TGA 500 (1 st laboratorium)

Gasflödena vid analyserna varierade mellan olika laboratorier.

* Ett laboratorium använde luft istället för syre.

4.3 Provningsförfarande

Provnings utfördes enligt två olika metoder. Dubbelprov gjordes på varje material med en provmängd som varierade mellan 4 och 12 mg. Askans färg kontrollerades efter avslutad analys.

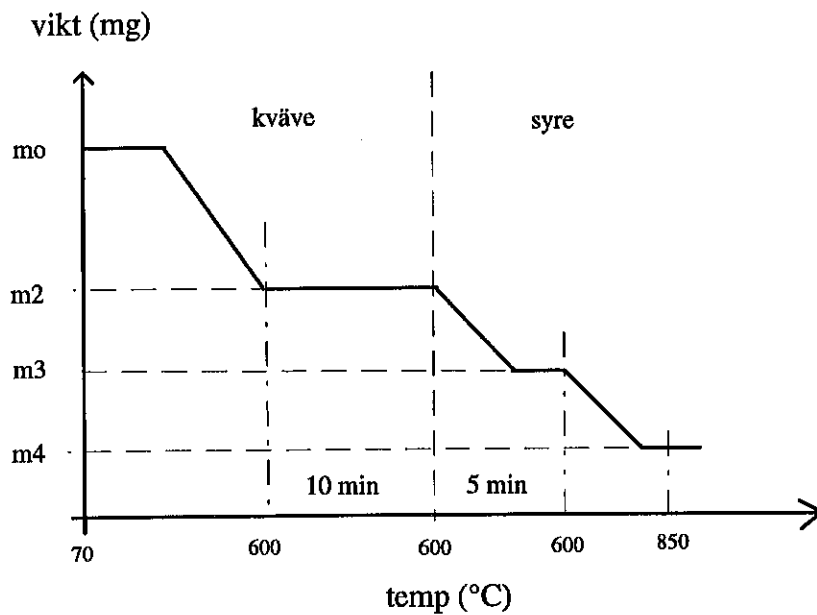
Ett laboratorium, med utrustning LECO TGA 500, använde starttemperaturen 105 °C vid "normal"-metoden. Detta anses dock inte påverka resultatet. Utrustningen kräver också större provmängder. I detta fallet användes mellan 0,7 - 1,4 g.

4.3.1 "Normal"-metod

"Normal"-metoden är grundad på de metoder som används av industrin idag för analys av gummimaterial. Dessa metoder skiljer sig vad gäller uppvärmningshastighet och tid vid isoterma sekvenser men grundprincipen är oftast densamma. Den metod som har använts vid interlabtestet utgör ett "medelvärde" av dessa olika metoder.

Följande parametrar användes i "normal"-metoden (se också figur 1):

Starttemperatur	70 °C i kvävgasatmosfär
Uppvärmningshastighet	40 K/min
Isotermt vid 600°C	a) 10 minuter i kvävgasatmosfär b) 5 minuter i syrgasatmosfär
Sluttemperatur	850 °C



Figur 1. Schematisk kurva för utvärdering av termogram enligt "normal"-metoden.

Beräkningarna gjordes enligt följande ekvationer:

Halt organiskt material, H_0 :	$H_0 = [(m_0 - m_2) / m_0] \times 100$
----------------------------------	----------------------------------------

Halt kimrök, H_k :	$H_k = [(m_2 - m_3) / m_0] \times 100$
----------------------	----------------------------------------

Halt aska, H_a :	$H_a = (m_3 / m_0) \times 100$
--------------------	--------------------------------

För EPDM gjordes även följande beräkning:

Halt CO ₂ , H _{CO2} :	$H_{CO2} = [(m_3 - m_4) / m_0] \times 100$
Halt CaCO ₃ i askan, H _{CaCO3} :	$H_{CaCO3} = (M_{CaCO3} / M_{CO2}) \times H_{CO2}$

- m_0 = ursprunglig vikt i mg vid 110 °C
 m_2 = vikt av oorganiskt material
 m_3 = vikt av aska
 m_4 = vikt vid sluttemperatur (används vid bestämning av mängden CaCO₃)

- M_{CaCO3} = Molvikt för CaCO₃ = 100 g/mol
 M_{CO2} = Molvikt för CO₂ = 44 g/mol

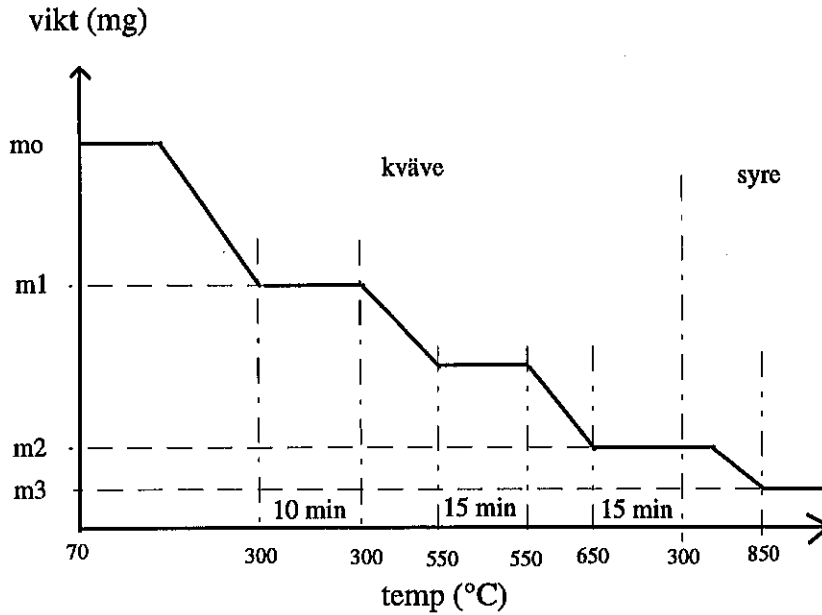
4.3.2 ISO 9924-1 "Rubber and rubber products- Determination of the composition of vulcanizates and uncured compounds by thermal gravimetry"

ISO 9924-1 är en relativt ny standard, utgiven 1993, för bestämning av sammansättning hos gummimaterial genom TG-analys. Tidigare har inte funnits någon nationell eller internationell standard för denna typ av analys. Del 1 av standarden är tillämpbar på gummimaterial av typ butadien, eten-propen copolymer och terpolymer, isobuten-isopropen, isopren, och styren-butadien gummi (metoden är alltså ej rekommenderad för exempelvis kloroprengummi).

Baserat på denna standard användes följande parametrar vid analysen:

Starttemperatur	70 °C i kvävgasatmosfär
Uppvärmningshastighet	10 K/min
Isotermt vid 300 °C	10 minuter
Uppvärmningshastighet	20 K/min
Isotermt vid 550 °C	15 minuter
Uppvärmningshastighet	snabbast möjligt
Isotermt vid 650 °C	15 minuter eller till konstant vikt
Kylning till 300 °C	byte till syrgas
Uppvärmningshastighet	snabbast möjligt
Isotermt vid 850 °C	till konstant vikt

Därefter avkylning i kvävgasatmosfär.



Figur 2. Schematisk kurva för utvärdering av termogram enligt ISO 9924-1.

Beräkningarna gjordes enligt följande ekvationer:

Halt flyktigt innehåll, H_f :	$H_f = [(m_0 - m_1) / m_0] \times 100$
Halt polymert material, H_p :	$H_p = [(m_1 - m_2) / m_0] \times 100$
Halt organiskt material, H_o :	$H_o = [(m_0 - m_2) / m_0] \times 100$
Halt kimrök, H_k :	$H_k = [(m_2 - m_3) / m_0] \times 100$
Halt aska, H_a :	$H_a = (m_3 / m_0) \times 100$

- m_0 = ursprunglig vikt i mg vid 110 °C
- m_1 = vikt av icke flyktiga komponenter
- m_2 = vikt av oorganiskt material
- m_3 = vikt av aska

5 Resultat och diskussion

5.1 Statistiska beräkningar

Statistisk analys av resultaten har baserats på ISO 5725 - "Precision of test methods - Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests".

Följande definitioner och formler har använts vid statistiska beräkningar.

x_i = Mätvärde från ett laboratorium; representerar ett aritmetiskt medelvärde av tre bestämningar.

i = Laboratorium, $i = 1, 2, 3, \dots, 11$

$$x = \text{Medelvärde} \quad X = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

$x(\Delta w)$ = Medelvärde av viktändring i %.

S_L = Standardavvikelse mellan laboratorier.

$$S_L = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x - x_i)^2}{n - 1}}$$

R = Reproducerbarhet, definieras som det värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två mätresultat från olika laboratorier kan förväntas ligga med 95 % säkerhet. R anges i aktuell mätenhet.

$R = 2,8 \cdot S_L$, då repeterbarheten ej beaktas.

Extremvärden, vilka bedömdes som icke-signifikanta, ingår ej i medelvärdet.

5.2 Sammanställning av resultat

I tabeller nedan presenteras medelvärden X , standardavvikelse S_L , samt reproducerbarhet R för varje material. Värdena är bestämda enligt två olika testmetoder och jämförs med referensvärden vilka har teoretiskt beräknats från recepturer.

Medelvärden enligt "normal"-metoden är baserade på resultat från tio laboratorier medan medelvärden enligt ISO-metoden är baserade på resultat från åtta laboratorier. I analyser enligt "normal"-metoden bestäms endast den totala halten av organiskt material vilken består av halten flyktiga ämnen och halten polymert material. Halten oorganiskt material består av halten kimirök och halten aska.

Tabell 1. Resultat av NR-analys

	Referens (%)	"Normal"-metod			ISO-9924-1		
		X (%)	S_L	R	X (%)	S_L	R
Flyktiga ämnen	14,9	-	-	-	15,4	5,5	15,5
Polymer	47,6	-	-	-	48,2	4,9	13,6
Organiskt material	62,5	63,6	1,8	5,0	63,7	1,2	3,4
Kimrök	32,5	24,0	12,4	34,7	31,4	4,4	12,3
Aska	5,0	12,7	13,2	36,9	4,8	3,9	10,9
Oorganiskt material	37,5	36,7	2,8	7,7	33,4	8,2	23,0

I tabell 1 redovisas resultaten från interlabtestet för NR. Av resultatet framgår att spridningen är stor mellan enskilda laboratorier.

Vad gäller halten flyktiga ämnen ger analysen ett resultat som överensstämmer med referensvärdet medan halten polymert material ligger ca en procent högre. Om man enbart ser till halt organiskt material får man en bra överensstämmelse mellan metoderna. Värdet ligger ca två procent över referensvärdet.

Bestämning av kimirökshalten och halt aska enligt "normal"-metoden ger stora avvikelser från referensvärdet och en stor spridning av resultaten. Bestämning av halt kimirök enligt ISO-metoden ger ett värde som är ca tre procent lägre än referensvärdet. Halt aska överensstämmer med referensvärdet. Spridningen i resultat är dock mycket stor. Totala halten oorganiskt material avviker mer än tio procent vid analys enligt ISO-metoden.

Vid analys enligt "normal"-metoden avviker värden för kimirökshalten från lab 3, 4 och 9 kraftigt från de övriga laboratoriernas värden och det beräknade teoretiska värdet. Vid noggranna studier av termogram från lab 4 och 9 framgår det att man vid utvärderingen inte har gjort beräkningen utifrån hela viktförlusten vid förbränningen av kimirök. Tillgång till termogram från övriga lab saknades varför det inte går att säga exakt vad avvikelserna beror på. Troligtvis är orsaken densamma som för lab 4 och 9. Lab 1 och 10 avviker också något från de övriga värdena.

Vid analys enligt ISO 9924-1 avviker resultaten från lab 1, 9 och 10 från de övriga labbens resultat. Samma avvikelser fås vid bestämning av askhalt. För enskilda värden se tabell 1 i appendix.

Troliga orsaker till avvikelserna mellan laboratorier är svårigheten att vid utvärdering separera de olika stegen i termogrammet. En annan orsak kan vara utrustningarnas varierande noggrannhet.

I tabell 2 redovisas resultaten från interlabtestet för EPDM. Halten oorganiskt material består av halten kimirök och halten aska. Halten aska består av CaCO_3 och en rest i analysen enligt ISO-metoden. Enligt "normal"-metoden bestäms halten CaCO_3 i EPDM vilket innebär att det som anges som halten aska består av CaO och en rest.

Tabell 2. Resultat av EPDM-analys

	Referens (%)	"Normal"-metod			ISO-9924-1		
		X (%)	S _L	R	X (%)	S _L	R
Flyktiga ämnen	22,2	-	-	-	17,0	6,3	17,5
Polymer	21,2	-	-	-	27,2	7,3	20,5
Organiskt material	43,4	45,5	1,8	5,0	45,4	4,4	12,3
Kimrök	33,2	29,5	15,4	43,2	38,9	6,8	18,9
Aska	23,4	23,5	14,1	39,4	16,9	8,2	23,0
Oorganiskt material	56,6	74,2	15,4	43,0	55,8	2,9	8,0
CaCO_3	21,1	23,1	14,9	41,6	-	-	-

Av resultatet framgår att spridningen är stor mellan enskilda laboratorier.

Vad gäller halten flyktiga ämnen ger analysen ett resultat som är ca 5 % lägre än referensvärdet medan halten polymert material ligger ca sex procent högre. Om man enbart ser till halt organiskt material får man en bra överensstämmelse mellan metoderna på samma sätt som för NR och medelvärden som ligger endast ca 2 % över det teoretiska värdet.

Bestämning av kimirökhalten ger stora avvikelser från referensvärdet och en mycket stor spridning av resultaten. "Normal"-metoden ger ca 4 % lägre värde medan ISO-metoden ger drygt 5 % högre värde jämfört med referensvärdet. Bestämning av halt aska enligt "normal"-metoden ger ett värde som överensstämmer med referensvärdet. Spridningen av resultat är dock mycket stor.

Den totala halten oorganiskt material bestämd enligt ISO-metoden ligger nära referensvärdet medan "normal"-metoden ger ett värde som är ca 18 % högre.

Vid beräkning av halten CaCO_3 är spridningen mycket stor mellan de olika labben och metoden för bestämning av CaCO_3 i dess nuvarande form kan starkt ifrågasättas.

Beroende på ovanstående variationer i kimirökshalt och CaCO_3 -halt är variationen i askhalt mycket stor mellan labben.

I tabell 3 redovisas resultaten från analys av NBR.

Tabell 3. Resultat av NBR-analys

	Referens (%)	"Normal"-metod			ISO-9924-1		
		X (%)	S _L	R	X (%)	S _L	R
Flyktiga ämnen	5,2	-	-	-	7,6	1,1	3,2
Polymer	53,4	-	-	-	46,5	4,1	11,5
Organiskt material	58,6	58,5	2,0	5,6	54,1	4,0	11,3
Kimrök	36,5	36,1	5,5	15,5	35,8	10,4	29,1
Aska	4,9	5,1	3,9	11,0	7,5	10,9	30,6
Oorganiskt material	41,4	41,2	2,9	8,1	43,3	2,4	6,7

Överensstämmelsen mellan de olika labben är relativt god vad beträffar halt flyktiga ämnen enligt ISO 9924-1 och vid bestämning av halt organiskt och oorganiskt material enligt båda metoderna. Vid analys enligt "normal"-metoden överensstämmer resultaten väl med de teoretiskt erhållna värdena. Enligt ISO 9924-1 fås ett lågt medelvärde vid bestämning av halten polymer och för höga värden vid bestämning av halten flyktiga ämnen och aska.

Vid bestämning av halt kimrök avviker värdena för lab 3 och 9 från de övrigas vid "normal"-analys, och vid analys enligt ISO 9924-1 avviker värdena för lab 1 och 9. Dessa avvikelser beror troligen på metoden för att beräkna kimrökshalt. De övriga labbens värden överensstämmer i stort sett med det teoretiska värdet.

I tabell 4 redovisas resultatet från analys av CR. I detta fall innehåller inte gummi-materialet några flyktiga ämnen varför allt organisk material i princip utgörs av polymeren.

Tabell 4. Resultat av CR-analys

	Referens (%)	"Normal"-metod			ISO-9924-1		
		X (%)	S _L	R	X (%)	S _L	R
Flyktiga ämnen	0,0	-	-	-	23,8	10,3	28,8
Polymer	72,0	-	-	-	25,2	8,6	24,2
Organiskt material	72,0	51,7	2,5	7,0	49,0	2,4	6,6
Kimrök	21,1	37,6	12,4	34,6	48,3	3,7	10,2
Aska	7,0	10,6	13,8	38,7	2,8	2,1	5,9
Oorganiskt material	28,1	48,2	2,5	7,1	51,1	2,4	6,7

Halten organiskt material som har uppmätts visar på relativt god överensstämmelse mellan labben och mellan de två använda metoderna. Jämfört med det teoretiska värdet är dock de erhållna värdena ca 20 % lägre. Detta beror på att vid nedbrytning av CR bildas högmolekylära, organiska nedbrytningsprodukter med hög kolhalt. Dessa produkter förbränns sedan samtidigt med kimirök varför man får en betydligt högre kimirökhalt än det teoretiska värdet.

Vid analys av kimiröks- och askhalt med "normal"-analys avviker värdena från lab 3 och 9 från de övrigas. Troliga orsaker till avvikelserna mellan laboratorier är svårigheten att vid utvärdering separera de olika stegen i termogrammet, en annan orsak kan vara utrustningarnas varierande noggrannhet.

6 Slutsatser

De referensvärden som används för jämförelse är teoretiskt beräknade från recepturer för respektive gummiblandning. Dessa teoretiska värden kan givetvis avvika från de sanna värdena vilket försvårar tolkningen av resultat. Följande slutsatser kan dras från undersökningen:

- Ingen av metoderna är lämplig att användas för analys av CR. Halterna avviker kraftigt från de teoretiskt beräknade.
- Den bästa överensstämmelsen mellan de uppmätta och de beräknade halterna fås i analyser av NBR enligt "normal"-metoden.
- I analyser av NR och EPDM gav ISO-metoden en bättre överensstämmelse med referensvärdena och en bättre reproducerbarhet än "normal"-metoden.
- Bestämning av den totala halten organiskt respektive oorganiskt material ger betydligt bättre reproducerbarhet och överensstämmelse med referenser än bestämning av halten enskilda ingående komponenter. Särskilt stora skillnader och spridning fås vid bestämning av halten kivrök och aska.
- Vid bestämningen av halten CaCO_3 är spridningen i resultat så stor att användbarheten av den använda metoden måste starkt ifrågasättas.

Appendix 1

Tabell A1. Bestämning av sammansättningen för NR enligt "normal"-metoden.

Lab	Halt organiskt	Halt kivrök	Halt aska	Halt oorganiskt
1	65,3	29,3	5,4	34,7
2	62,0	34,4	3,6	37,7
3	63,5	3,5	31,5	35,0
4	63,8	9,4	26,9	36,3
5	65,2	33,2	1,6	34,8
6	63,2	33,1	3,8	36,9
7	60,8	35,2	3,3	38,5
8	64,2	33,1	2,7	35,8
9	61,3	8,8	34,6	43,4
10	66,2	20,5	13,5	34,0
X	63,6	24,0	12,7	36,7
SL	1,78	12,39	13,17	2,75
R	5,0	34,7	36,9	7,7

Tabell A2. Bestämning av sammansättningen för NR enligt ISO-metoden.

Lab	Halt flyktigt	Halt polymer	Halt organiskt	Halt kivrök	Halt aska	Halt oorganiskt
1	18,0*	46,5*	64,5	26,9*	8,6*	35,5
2	4,6	56,7	61,3	34,5	3,6	38,1
3	18,2	45,9	64,1	32,7	3,2	35,9
4	17,3	46,4	63,7	33,1	3,2	36,3
5						
6	19,2	43,4	62,6	33,5	3,8	37,3
7						
8	17,3	46,8	64,1	33,4	2,5	35,9
9	9,0	55,1	64,1	22,2*	12,6*	34,8
10	19,9	45,2	65,1	34,7	0,6	13,2
X	15,4	48,2	63,7	31,4	4,8	33,4
SL	5,53	4,86	1,20	4,4	3,89	8,22
R	15,5	13,6	3,4	12,3	10,9	23,0

* Endast värden från en analys redovisas

Tabell A3. Bestämning av sammansättningen för EPDM enligt "normal"-metoden.

Lab	Halt organiskt	Halt kimrök	Halt aska	Halt CaCO ₃	Halt oorganiskt
1	45,7	35,3	19,0	1,4	55,7
2	43,5	34,2	14,6	17,1	65,9
3	43,7	4,6	41,7	84,2**	
4	44,1	6,6	49,3	37,8	93,7
5	45,9	33,2	20,8	22,7	76,7
6	46,3	52,8	3,2		56,0
7	45,1	32,3	22,5	18,4	73,2
8	44,7	40,6	14,7	7,8	63,1
9	49,4	16,4	34,2	40,5	91,1
10	47,0	38,6	14,8	39,4	92,8
X	45,5	29,5	23,5	23,1	74,2
SL	1,77	15,43	14,08	14,87	15,35
R	5,0	43,2	39,4	41,6	43,0

Tabell A4. Bestämning av sammansättningen för EPDM enligt ISO-metoden.

Lab	Halt flyktigt	Halt polymer	Halt organiskt	Halt kimrök	Halt aska	Halt oorganiskt
1	20,2	25,8	46,0	32,2	21,7	53,9
2	2,1	43,4	45,5	29,8	24,7	54,5
3	19,8	23,7	43,5	41,8	14,7	56,5
4	18,9	24,8	53,7	42,1	14,2	56,3
5						
6	18,6	19,2	37,8	32,0	30,2	62,2
7						
8	19,3	24,6	43,9	41,9	14,2	56,1
9	15,7	31,2	46,9	48,9	4,1	53,0
10	21,6	24,5	46,1	42,9	11,4	54,3
X	17,0	27,2	45,4	38,9	16,9	55,8
SL	6,26	7,33	4,40	6,75	8,23	2,86
R	17,5	20,5	12,3	18,9	23,0	8,0

* Endast värden från en analys redovisas

** Ej medtaget i beräkning av medelvärde och reproducerbarhet

Tabell A5. Bestämning av sammansättningen för NBR enligt "normal"-metoden.

Lab	Halt organiskt	Halt kimrök	Halt aska	Halt oorganiskt
1	58,9	35,7	5,4	41,1
2	54,8	41,4	3,6	45,0
3	57,9	27,2*	14,8*	42,0
4	58,2	38,8	3,0	41,8
5	58,5	39,2	3,9*	43,1
6	58,3	38,4	3,5	41,9
7	57,2*	38,3*	3,1*	41,4
8	58,2	39,4	2,4	41,8
9	62,6	24,8*	9,1*	33,9
10	60,3	37,5	2,6	40,1
X	58,5	36,1	5,1	41,2
SL	2,00	5,53	3,92	2,88
R	5,6	15,5	11,0	8,1

Tabell A6. Bestämning av sammansättningen för NBR enligt ISO-metoden.

Lab	Halt flyktigt	Halt polymer	Halt organiskt	Halt kimrök	Halt aska	Halt oorganiskt
1	8,5	50,0	58,5	28,9	12,5	41,4
2	5,3	46,5	51,8	44,7	3,4	48,1
3	7,8	50,2	58,0	38,7	3,3	42,0
4	7,6	49,3	56,9	40,5	2,6	43,1
5						
6	7,5	48,8	56,3	40,4	2,5	42,9
7						
8	7,8	39,9	47,7	39,9	2,3	42,2
9	6,9	46,8	53,7	12,6	33,0	45,6
10	9,1	40,6	49,7	40,6	0,3	40,9
X	7,6	46,5	54,1	35,8	7,5	43,3
SL	1,13	4,10	4,02	10,40	10,94	2,41
R	3,2	11,5	11,3	29,1	30,6	6,7

* Endast värden från en analys redovisas

Tabell A7. Bestämning av sammansättningen för CR enligt "normal"-metoden.

Lab	Halt organiskt	Halt kivrök	Halt aska	Halt oorganiskt
1	50,7*	43,8*	5,5*	49,3
2	52,7	43,2	3,6	46,8
3	48,1	18,2	33,7	51,9
4	51,1	45,7	3,2	48,9
5	53,3	38,2	8,5	46,7
6	51,5	45,2	2,8	48,0
7	57,0	39,7	3,2	42,9
8	50,6	46,5	2,9	49,4
9	49,1	11,6	39,3	50,9
10	53,2	44,4	3,1	47,5
X	51,7	37,6	10,6	48,2
SL	2,50	12,36	13,83	2,52
R	7,0	34,6	38,7	7,1

Tabell A8. Bestämning av sammansättningen för CR enligt ISO-metoden.

Lab	Halt flyktigt	Halt polymer	Halt organiskt	Halt kivrök	Halt aska	Halt oorganiskt
1	23,7	25,4	49,1	43,7	7,1	50,8
2	41,6	8,0	49,6	46,5	3,6	50,1
3	23,6	26,0	49,6	47,0	3,3	50,3
4	23,4	25,7	49,1	49,6	2,3	51,9
5						
6	25,8	25,7	51,5	47,3	1,1	48,4
7						
8	23,7	25,4	49,1	47,9	3,0	50,9
9	3,3	40,2	43,5	56,3	0,1	56,4
10	25,2	25,2	50,4	47,8	1,9	49,7
X	23,8	25,2	49,0	48,3	2,8	51,1
SL	10,30	8,64	2,37	3,65	2,09	2,38
R	28,8	24,2	6,6	10,2	5,9	6,7

* Endast värden från en analys redovisas

Appendix 2

Receptur NR

NR	100,0 phr
Olja	33,0 phr
Kimrök	72,0 phr
Zinkoxid	6,7 phr
Stearin	2,7 phr
Antioxidant	2,7 phr
Vulksystem	4,5 phr

Receptur NBR

NBR	100 phr
Kimrök	70 phr
Olja	10 phr
Zinkoxid	5 phr
Stearin	0,5 phr
Vulksystem	6,5 phr

Receptur EPDM

EPDM	21,2 %
Olja	22,2 %
Kimrök	33,2 %
Krita	21,1 %
Stearinsyra	0,2 %
Zinkoxid	1,1 %
Vulksystem	0,9 %

Receptur CR

CR	100,0 phr
Stearin	0,5 phr
Vulksystem	3,3 phr
Kimrök	30,0 phr
Magnesiumoxid	4,0 phr
Zinkoxid	5,0 phr

