1988:27

ARKIVEX
BIBLIOTEKET

Göran Spetz
Göran Elfman
Irene Backlund
Anette Almgren

JÄMFÖRANDE PROVNING – GUMMIMATERIAL DEL 8: BESTÄMNING AV KVARSTÅENDE TÖJNING ENLIGT SIS 16 22 09 (ISO 2285)

POLYMERTEKNIK
SP RAPPORT
1988:27

Göran Spetz
Göran Elfman
Irene Backlund
Anette Almgren

JÄMFÖRANDE PROVNING - GUMMIMATERIAL DEL 8: BESTÄMNING AV KVARSTÅENDE TÖJNING ENLIGT SIS 16 22 09 (ISO 2285)

SP RAPPORT 1988:27
Polymerteknik
Borås 1988

COMPARATIVE TESTING, RUBBER MATERIALS
DETERMINATION OF TENSION SET ACCORDING TO SIS 16 22 09 (ISO 2285).

ABSTRACT

This project of interlaboratory tests was started in 1982 by the Polymer Laboratory at the Swedish National Testing Institute.

The objective of the project is to investigate the precision of the most common rubber test methods, i. e. to determine the reproducibility (between labs) and the repeatability (within labs) of the test methods.

As a guide for the project, the technical report ISO/TR 9272, prepared by ISO TC 45 Rubber and Rubber products has been used.

This report, part 8, presents the results from an inter-laboratory test according to SIS 16 22 09 (ISO 2285), Determination of tension set. The report contains the results for thirteen Swedish laboratories.

The results for the thirteen laboratories are seen in the table below, which shows the reproducibility, (R), in % of the mean value (measured value) and for constant strain the reproducibility in absolute value R, too.

	Reproducability (between labs) R	(R) %
Constant load		44
Constant strain	17	44

The project will continue, and interlaboratory tests of Hardness (retest) and TR-test (retest) are taking place during 1987.

Keywords: Rubber, Testing, Interlaboratory tests, Reproducability.

STATENS PROVNINGSANSTALT
RAPPORT 1988:27
ISBN 91-7848-119-8
ISSN 0284-5172
Borås 1988

SWEDISH NATIONAL TESTING INSTITUTE
REPORT 1988:27

Postal adress:
P.O. Box 857, S-501 15 BORÅS
SWEDEN
Telephone Int + 46 33 165000
Telex 36252 Testing S

INNEHÅLL

1	BAKGRUND	4
2	MÅLSÄTTNING	6
3	SAMMANFATTNING AV RESULTAT	7
3.1	Kort sammanfattning	7
3.2	Sammanfattning	8
4	UNDERSÖKNINGENS UTFÖRANDE	9
4.1	Provmaterialtillverkning	9
4.2	Provning	9
5.	STATISTISKT UNDERLAG	10
6.	RESULTAT	11
6.1	Sammanställning; Tabell över medelvärde, standardavvikelse, variationskoefficient och reproducerbarhet.	12
6.2	Grafisk presentation av medelvärde, minimum- och maximumvärden.	14
7.	INVERKAN PÅ RESULTATET	19
8.	REFERENSER	20

Bilaga 1 Vulkaniseringsbetingelser.

Bilaga 2 Följebrev och resultatformulär.

1 BAKGRUND

Meningen med ett interlaboratorietest är att få en uppattning om en metods onoggrannhet, dvs repeterbarhet (spridning i resultaten inom ett laboratorium) och reproducerbarhet (spridning i resultaten mellan olika laboratorier).

Det hela har "legat i tiden" och i januari 1984 kom ISO/TC-45 med en handledning grundad på ISO 5725-81 "Precision of Test methods - Determination of repeatability and reproducability for a standard test method by interlaboratory tests" (1).

ISO 5725-81 är en beskrivning av hur man går tillväga för att bestämma repeterbarhet och reproducerbarhet genom interaboratorietester.

Handledningen från ISO/TC-45 är ett förtydligande av ISO 5725-81 och innehåller praktiska anvisningar och exempel som är särskilt anpassade för gummiprovningar. Den har under 1986 publicerats som en teknisk rapport ISO/TR 9272 (2).

Då våra sonderingar externt visat att det finns ett stort intresse för interlaboratorietester, började vi under 1982 med förberedelserna för dem. Vi skickade ut en förfrågan till ca 30 laboratorier om huruvida de var intresserade av att deltaga och i så fall vilka standardiserade gummiprovningsmetoder som var aktuella. Intresset var stort och inklusive Statens provnings-anstalt anmälde sig 26 laboratorier till deltagande i provningsprogrammet.

Som åttonde testmetod valdes bestämning av kvarstående töjning enligt SIS 16 22 09 (3) (ISO 2285 (4)).

Tidigare har följande metoder undersökts:

Del 1 Jämförande provning - Gummimaterial

Hårdhet enligt SIS 16 22 01 IRHD,
ASTM D 2240 Shore,
SP-Rapp 1985:09.

Del 2 Jämförande provning - Gummimaterial

Bestämning av inverkan av ozon enligt SIS 16 22 10,
SP-Rapp 1985:40.

Del 3 Jämförande provning - Gummimaterial

Bestämning av sättning enligt SIS 16 22 04,
SP-Rapp 1985:41.

Del 4 Jämförande provning - Gummimaterial

Sprödpunkt enligt SIS 16 22 11,
TR-test enligt SIS 16 22 21,
SP-Rapp 1985:39

Del 5 Jämförande provning - Gummimaterial

Bestämning av vulkkurva enligt ISO 3417,
SP-Rapp 1987:28

Del 6 Jämförande provning - Gummimaterial

Bestämning av draghållfasthet enligt SIS 16 22 02,
SP-Rapp 1988:25

Del 7 Jämförande provning - Gummimaterial

Bestämning av rivhållfasthet enligt SIS 16 22 03,
SP-Rapp 1988:26

Följande företag har deltagit i denna provning:

Forsheda AB
Gislaved AB
Horda Profil AB
Saab-Scania AB, Trollhättan
Trelleborg AB, Centrallaboratoriet
Trelleborg AB, Kontrollaboratoriet
Skega AB
Sunnex AB
Viskafors AB
Volvo Personvagnar AB
Volvo Flygmotor AB
Värnamo Gummifabrik AB
Statens provningsanstalt, Borås

Ordningsföljden i deltagarlistan och numreringen i rapporten har inget samband.

2 MÅLSÄTTNING

Med undersökningen avsågs att få fram väl underbyggda värden på reproducerbarheten för den använda standardiserade provningsmetoden. Dessutom förväntade vi oss att resultatet skulle kunna användas som underlag vid en eventuell framtida revidering av standarden. Undersökningen skulle förhoppningsvis också ge det enskilda laboratoriet en värdefull fingervisning om hur dess värden förhåller sig till de övrigas.

Vid utvärderingen av mätningarna valde vi, som tidigare nämnts, att utgå från ISO/TR 9272, "Determination of precision for test method standards".

3. SAMMANFATTNING AV RESULTATEN

Resultaten från undersökningen kan sammanfattas enligt nedan. Reproducerbarheten (R) är uttryckt i % av mätvärdets medelvärde. För konstant töjning är även reproducerbarheten R i absolutvärde angiven.

3.1 Kort sammanfattning av resultaten.

	Reproducerbarhet R	(R)
Konstant belastning		44
Konstant töjning	17	44

Repeterbarheten (inom laboratorium) har inte undersökts.

R = reproducerbarheten uttryckt i aktuell mätenhet.

(R) = reproducerbarheten uttryckt i % av mätvärdets medelvärde.

3.2 Sammanfattning.

Medelvärde (Mv) / standardavvikelse (s_L) / variationskoefficient (v_L)

Konstant belastning

Mtrl	Mv %	s_L %	v_L %
A	4.81	0.74	15.4
B	15.54	2.62	16.9
C	5.04	0.87	17.3
D	7.22	0.86	11.9
vL mv(pol)			15.5
(R) %			44

Konstant töjning

Mtrl	Mv %	s_L %	v_L %
A	48.75	5.68	11.7
B	51.59	5.58	10.8
C	45.09	6.61	14.7
D	29.24	6.52	22.3
s_L mv(pol)		6.12	
R %		17.3	
v_L mv(pol)			15.5
(R) %			44

4 UNDERSÖKNINGENS UTFÖRANDE

För att kunna genomföra en bra men inte alltför omfattande undersökning valdes fyra olika gummisorter enligt följande:

A. Naturgummi (NR)

B. EPDM-gummi med fyllmedel (EPDM:1)

C. EPDM-gummi, högvärdig blandning (EPDM:2)

D. Butylgummi (IIR)

4.1 Provkroppstillverkning

Färdiga blandningar av materialen A,B och C införskaffades. Efter homogenisering på laboratorievalsverk, vulkaniserades plattor med mått 150x150x2 mm. Vulkaniseringen utfördes enligt bilaga 1. Material D utgjordes av färdig gummiduk med ca 1,5 mm tjocklek. Ur de olika materialen stansade varje laboratorium sina egna provkroppar.

4.2 Provning

Provkroppar, följebrev och resultatformulär utsändes till deltagarna den 5 mars 1987 för bestämning av kvartstående töjning, se bilaga 2, för provning under v. 13-14.

Provningen utfördes enligt SIS 16 22 09 (3), dels enligt metod 1 vid konstant belastning under 1 h, dels enligt metod 2 vid konstant töjning under 168 h vid 70 C.

Efter avslutad mätning återsändes protokollen till oss.

5. STATISTISKT UNDERLAG

n = Antal mätvärden

x_i = Mätvärde 1,2,3,....n

$\bar{x}$ = Medelvärde $\qquad \bar{x} = \frac{\sum x}{n}$

$\bar{x}$ = Medelvärde (pol) $\qquad \bar{x} = \sqrt{\frac{x^2}{n}}$

Användes vid medelvärdesberäkning av standardavvikelser och variationskoefficienter.

s = Standardavvikelse $\qquad s = \sqrt{\frac{(\bar{x}_i - x)^2}{n-1}}$

s_L = Standardavvikelse mellan laboratorier

s_r = Standardavvikelse inom laboratorium

v = Variationskoefficient $\qquad v = \frac{s}{x} \cdot 100$

v_L = Variationskoefficient mellan laboratorier

r = Repeterbarhet $\qquad r = 2{,}83 \cdot s_r$

R = Reproducerbarhet. Definition: Värde under vilket den absoluta skillnaden mellan två mätresultat från olika laboratorier kan förväntas ligga med en viss säkerhet. Anges inte denna säkerhet, är den 95 %. R anges i aktuell mätenhet.

$$R = 2{,}83 \cdot \sqrt{s_L^2 + s_r^2}$$

Beräknas inte repeterbarheten är $s_r = 0$

(R) = Reproducerbarheten uttryckt i % av medelvärdet

Extremvärden och tveksamma värden har undersökts med Dixon's Outlier Test (1).

Extremvärden är värden, som med 99 % säkerhet ej skall ingå i medelvärdet. Markeras (**).

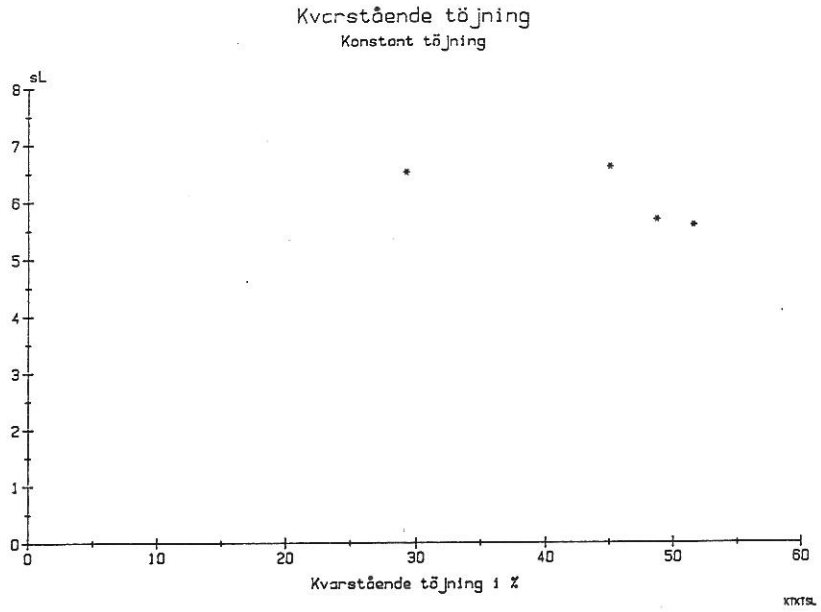
Teveksamma värden är värden, som med 95 % säkerhet ej skall ingå i medelvärdet. Markeras (*).

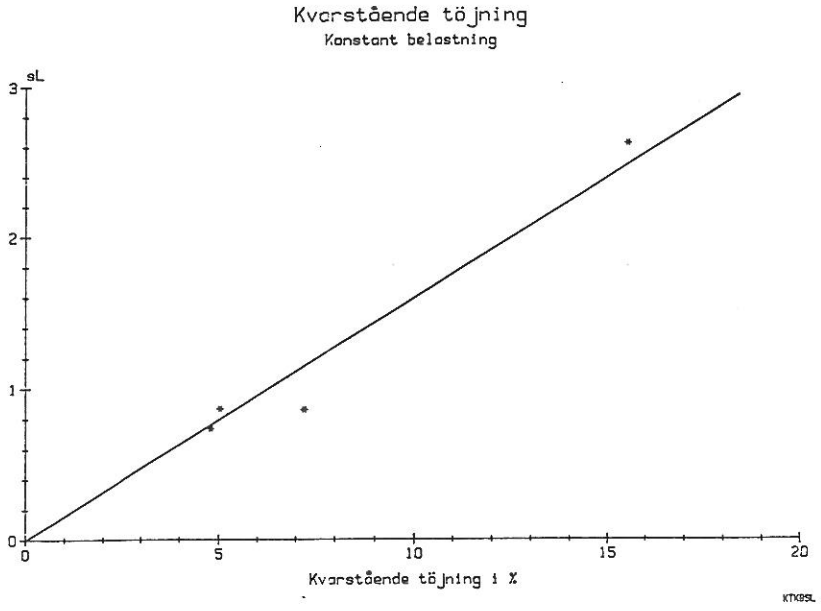
6 RESULTAT

Resultaten presenteras dels i tabell, som upptar medel-, minimum- och maximumvärden för varje laboratorium, dels i diagram, som visar medel-, min- och maxvärden samt medelvärdet för samtliga laboratorier.

Då det finns ett klart linjärt samband, som går genom origo, mellan standardavvikelse och mätvärde vid konstant belastning, har variationskoefficienten i detta fall använts för beräkning av reproducerbarheten. Diagram se nedan.

Sist visas i diagramform respektive laboratoriums procentuella avvikelse från medelvärdet.





6.1 Sammanställning av primärvärden

Konstant belastning.
%

	Mtrl A			Mtrl B		
Lab.	Medel	Min	Max	Medel	Min	Max
1.	4.1	2.4	5.3	16.5	15.3	18.2
2.	5.0	4.0	6.0	12.4	12.0	13.0
3.	5.3 1)	5.0	6.0	13.7 1)	13.0	14.0
4.	5.5	5.4	5.7	15.5	14.4	17.3
5.	5.6	5.1	5.9	22.0	17.6	24.8
6.	5.1	5.0	5.2	16.0	12.5	20.0
7.	5.4 2)	5.2	5.5	13.8 2)	13.6	13.9
8.	5.0	5.0	5.0	17.2	16.5	17.5
9.	5.0 1)	4.5	5.5	17.0 1)	16.5	17.5
10.	4.8	4.0	5.0	14.2	13.0	15.0
11.	4.4 1)	4.4	4.5	11.6 1)	11.3	11.7
12.	2.8	2.1	3.6	15.7	13.6	17.8
13.	4.6	4.4	4.8	16.4	15.6	17.3
Medelv	4.81			15.54		
Stdavv	0.74			2.62		
Vkoeff	15.38			16.86		

1) 3 värden
2) 2 värden

	Mtrl C			Mtrl D		
Lab.	Medel	Min	Max	Medel	Min	Max
1.	6.4	6.0	7.0	8.4	7.0	10.0
2.	5.0	5.0	5.0	7.4	7.0	8.0
3.	3.7 1)	3.0	4.0	7.7 1)	7.0	8.0
4.	5.6	4.7	5.9	7.3	6.5	7.6
5.	6.8	6.7	7.0	8.4	8.0	8.8
6.	4.7	4.5	5.0	8.4	7.0	11.0
7.	5.5 2)	5.4	5.6	7.4 2)	7.2	7.5
8.	4.9	4.5	5.0	5.9	5.5	6.0
9.	4.7 1)	4.5	5.0	6.8 1)	6.5	7.0
10.	5.2 3)	5.0	6.0	6.4	6.0	7.0
11.	4.2 1)	4.1	4.3	6.5 1)	6.4	6.5
12.	4.5	3.6	4.9	6.1	4.9	6.9
13.	4.3	4.2	4.5	7.2	6.8	7.6
Medelv	5.04			7.22		
Stdavv	0.87			0.86		
Vkoeff	17.26			11.91		

1) 3 värden
2) 2 värden
3) 4 värden

Konstant töjning.
%

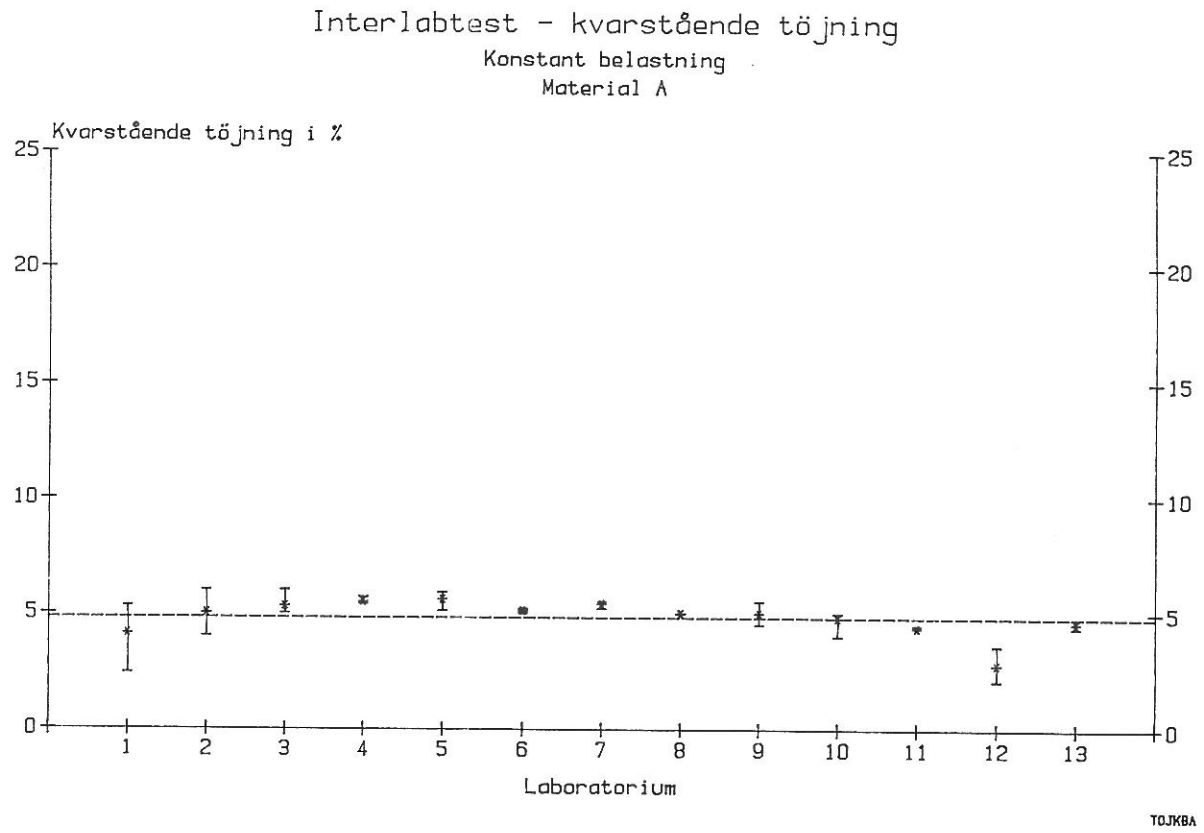
	Mtrl A			Mtrl B		
Lab.	Medel	Min	Max	Medel	Min	Max
1.	50.5	48.6	51.5	53.2	51.5	54.6
2.	50.0	49.6	50.3	56.6	55.9	57.1
3.	47.9 1)	47.6	48.6	49.0 1)	48.4	49.6
4.	48.1	47.0	48.9	53.2	46.8	58.0
5.	51.8	44.4	54.0	57.9	55.8	59.2
6.	50.8	50.0	52.0	53.2	52.0	54.0
7.	50.9 2)	49.7	51.5	48.6 2)	48.3	48.9
8.	-	-	-	-	-	-
9.	40.0 2)	40.0	40.0	48.0 2)	48.0	48.0
10.	-	-	-	-	-	-
11.	-	-	-	-	-	-
12.	58.5	57.4	59.7	56.9	56.2	58.8
13.	39.0	38.8	39.4	39.3	38.2	40.2
Medelv	48.75			51.59		
Stdavv	5.68			5.58		

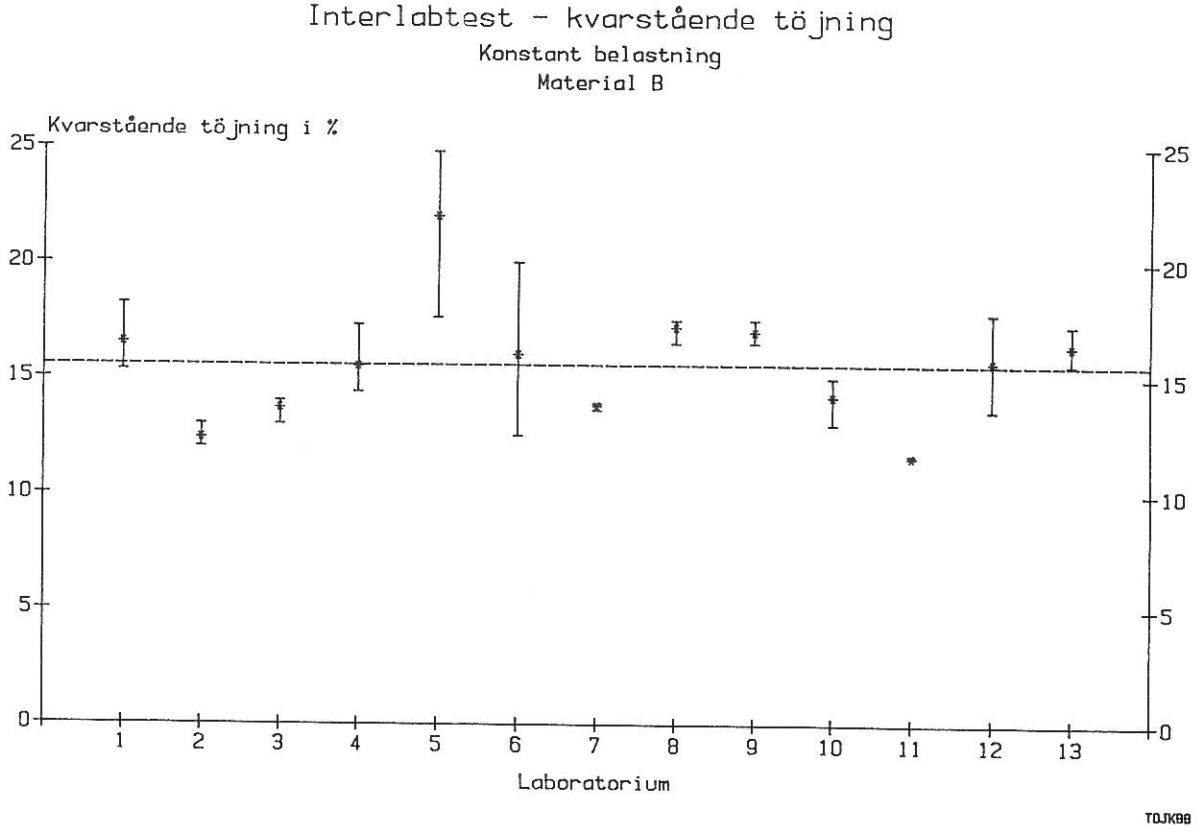
1) 4 värden
2) 3 värden

	Mtrl C			Mtrl D		
Lab.	Medel	Min	Max	Medel	Min	Max
1.	44.6	43.4	45.3	24.0	23.0	24.3
2.	48.8	47.8	49.3	28.8	28.7	29.0
3.	44.6 1)	44.2	45.0	44.4 1)	44.0	44.8
4.	48.3	46.6	50.5	28.6	28.4	28.9
5.	51.3	50.8	52.0	35.9	34.4	36.6
6.	43.6	42.0	44.0	25.8	25.0	27.0
7.	50.9 2)	50.7	51.1	25.3 2)	24.6	26.2
8.	-	-	-	-	-	-
9.	36.0 2)	35.0	37.0	22.0 2)	22.0	22.0
10.	-	-	-	-	-	-
11.	-	-	-	-	-	-
12.	51.0	50.5	51.6	29.2	28.8	30.0
13.	31.8	31.4	32.6	28.4	27.4	29.2
Medelv	45.09			29.24		
Stdavv	6.61			6.52		

1) 4 värden
2) 3 värden

6.2 Grafisk presentation

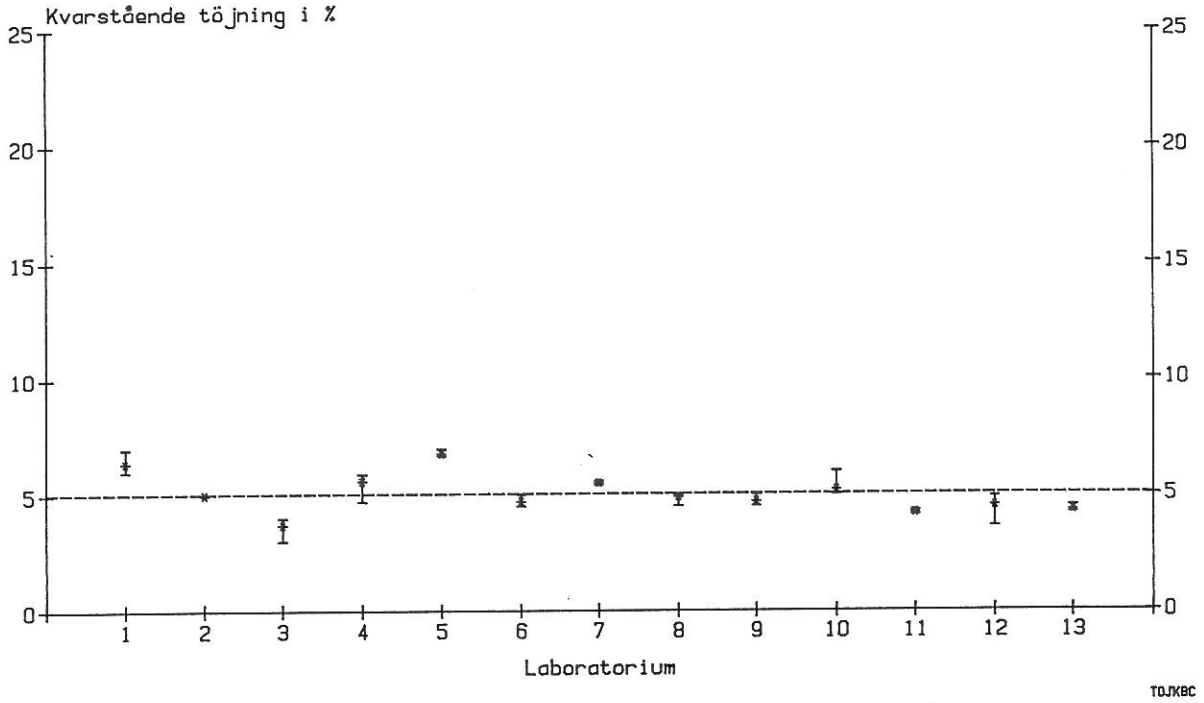




Interlabtest - kvarstående töjning

Konstant belastning

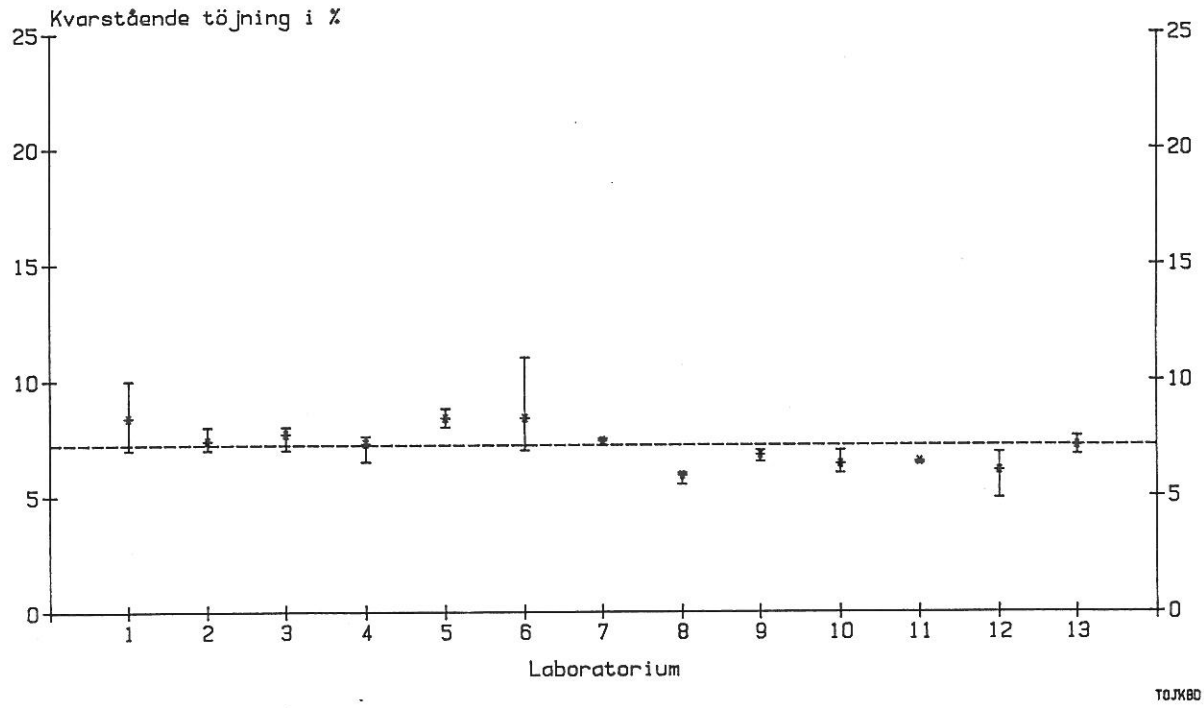
Material C



Interlabtest - kvarstående töjning

Konstant belastning

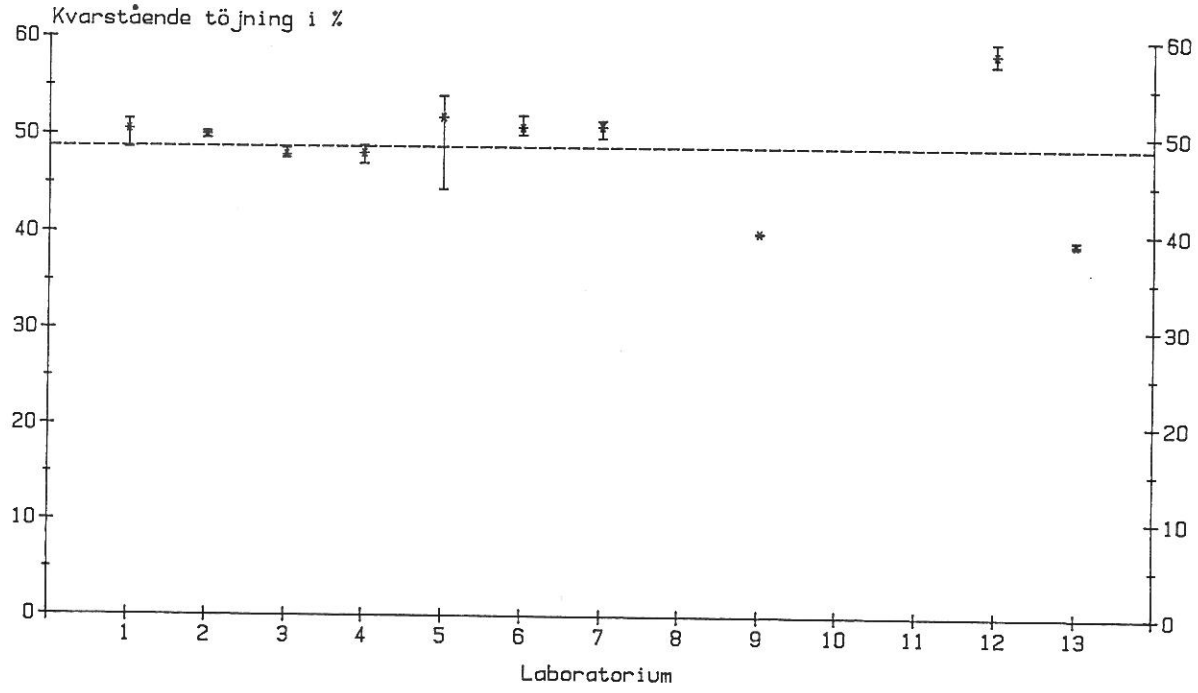
Material D



Interlabtest - kvarstående töjning

Konstant töjning

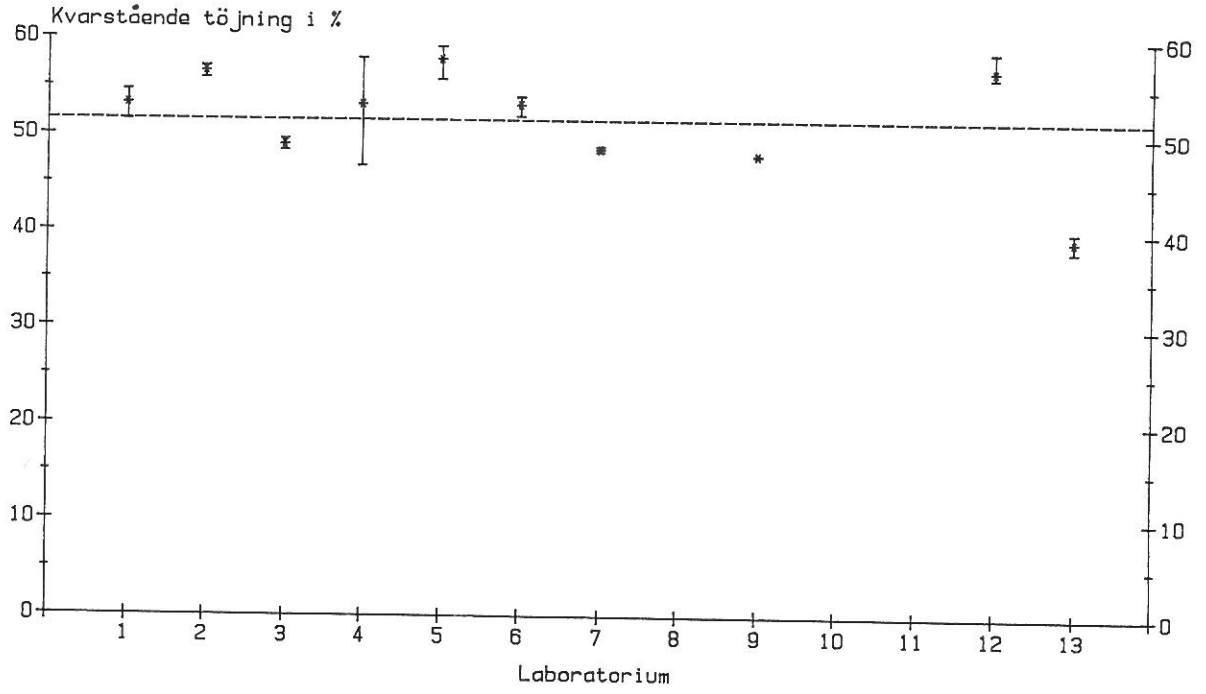
Material A



Interlabtest - kvarstående töjning

Konstant töjning

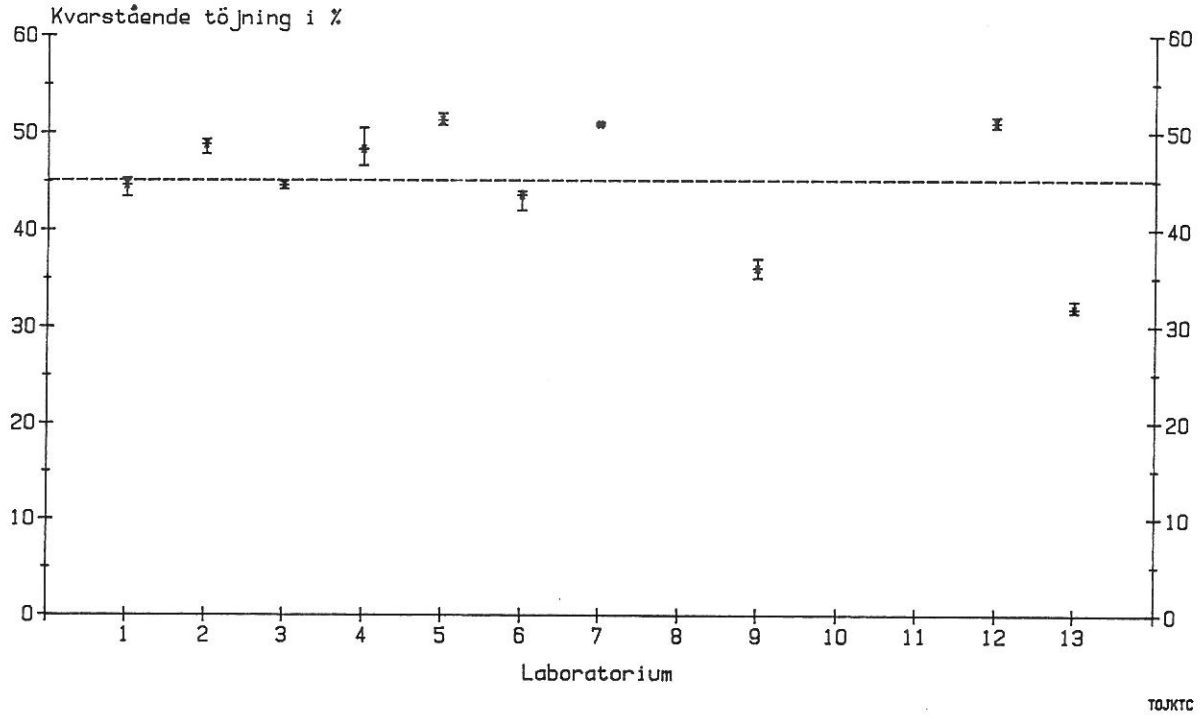
Material B



Interlabtest - kvarstående töjning

Konstant töjning

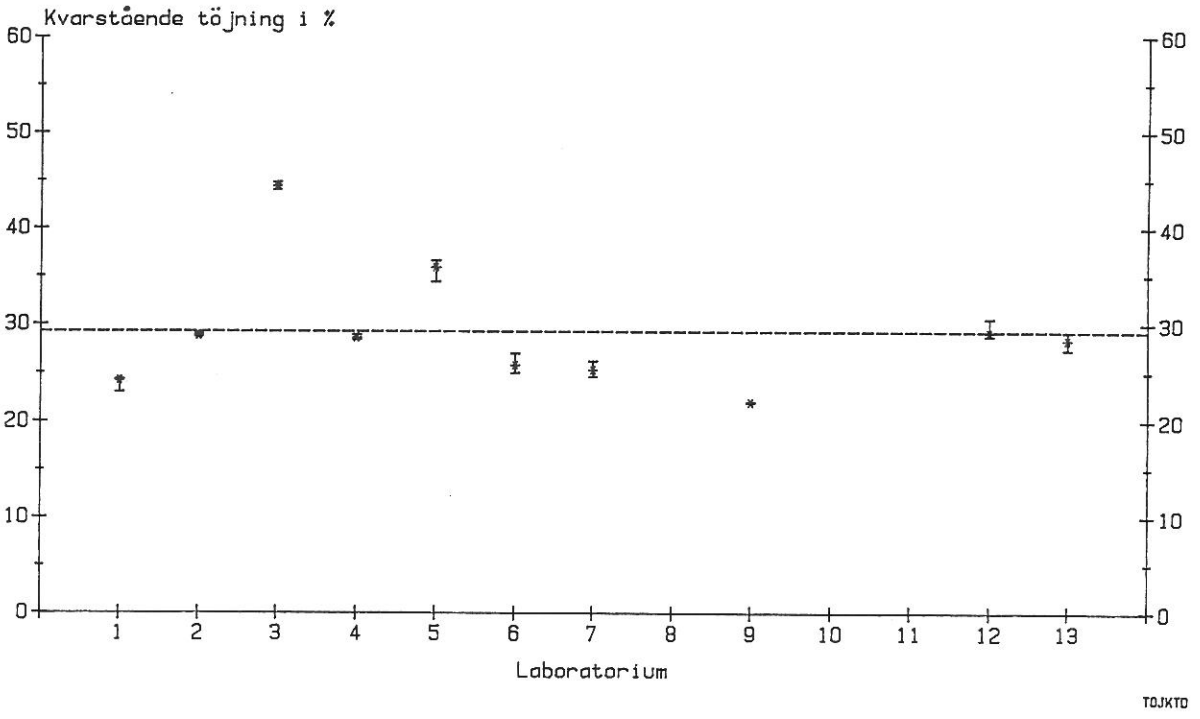
Material C



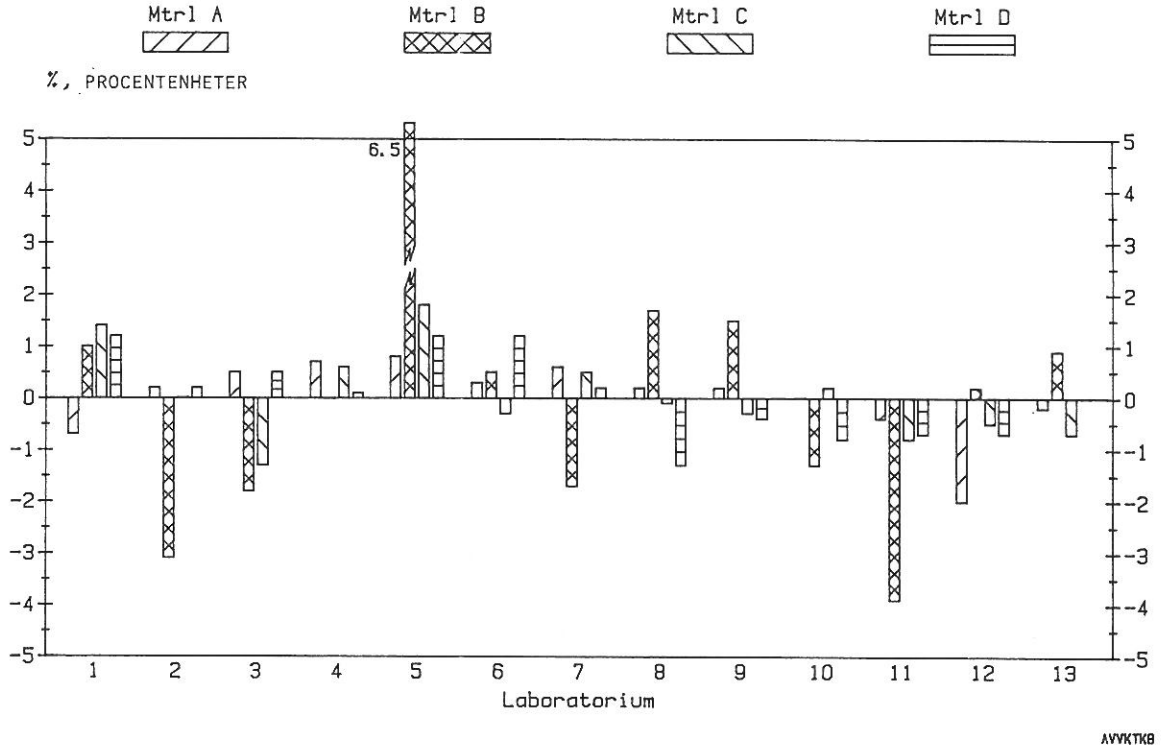
Interlabtest - kvarstående töjning

Konstant töjning

Material D

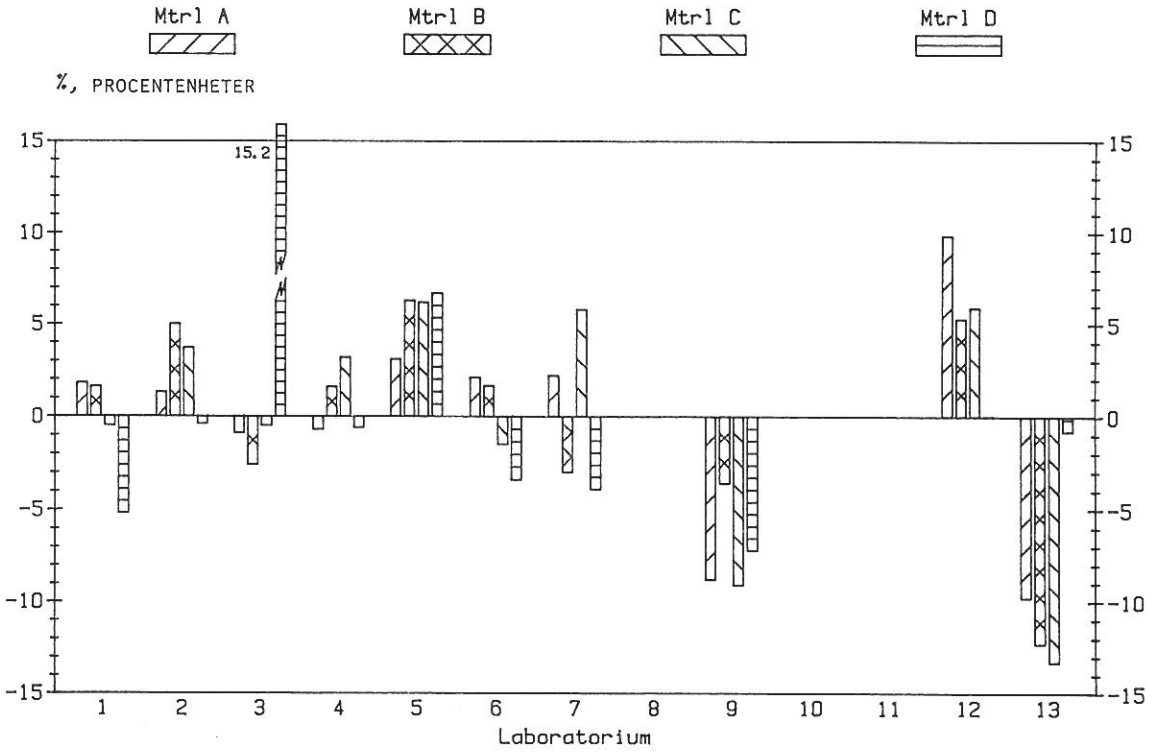


Avvikelse från medelvärdet.
Kvarstående töjning. konstant belastning



AVVKTKB

Avvikelse från medelvärdet.
Kvarstående töjning. konstant töjning.



AVVKTKT

7 INVERKAN PÅ RESULTATET

- Vad kan försändelsen ha varit utsatt för, värme mm.
- Olika sätt att mäta tjockleken, belastningen.
- Provningstemperaturen.
- Sättet att mäta kvarstående töjningen.

8 REFERENSER

1. ISO 5725-86 Precision of Test Methods - Determination of Repeatability and Reproducability by Interlaboratory Tests.

2. ISO/TR 9272-86 Rubber and rubber products - Determination of precision for test method standards.

3. SIS 16 22 09 Gummi - Bestämning av kvarstående töjning.

4. ISO 2285-81 Rubber, vulcanized - Determination of tension set at normal and high temperatures.

Bilaga 1.

Vulkning av provplattor.

Material	Polymer	Vulktemperatur C	Vulktid min
A	NR	170	6,5
B	EPDM:1	170	7
C	EPDM:2	170	4

STATENS
PROVNINGSANSTALT
National Testing Institute

Bilaga 2

Datum/*Our date*
1987-03-05
Ert datum/*Your date*

Beteckning/*Our reference*

Er beteckning/*Your reference*

Materialteknik och Mekanik
Göran Elfman, ge
Direkttel 033-165314

Mottagare enligt sändlista

Interlabtest - kvarstående töjning.
(3 bilagor)

Bilagt översändes provplattor samt resultatformulär.

Provningen utföres enligt SIS 16 22 09, metod 1, konstant belastning och metod 2, konstant töjning. Provkropparna tas ur plattorna i pilens riktning. På grund av vissa problem vid tillverkningen har det blivit några ofullkomligheter i en del provplattor. Undvik därför att stansa ut själva mätdelen på markerade ställen. Antalet provkroppar i resp provning bör helst vara 5.

Vad gäller metod 1, konstant belastning, skall utöver standarden avståndet mellan mätmärkena 30 s efter att full belastning är pålagd samt omedelbart före avlastningen bestämmas.

Provningsbetingelserna för metod 2, konstant töjning, är temperatur 70 °C, töjning 100 % och tid 168 h.

Provningen utföres under vecka 13-14.

Provningsresultaten önskas i retur snarast möjligt, dock senast 1987-04-10.

Med vänlig hälsning

STATENS PROVNINGSANSTALT
Polymerteknik

Göran Spetz

Göran Elfman

Bilagor

1. Sändlista
2. Resultatformulär
3. Provkroppar

SP-302

STATENS
PROVNINGSANSTALT
National Testing Institute

3368G

SÄNDLISTA

Datum/*Our date*
1987-03-05

Beteckning/*Our reference*

Ert datum/*Your date*

Er beteckning/*Your reference*

Hans Hernvall
Alfa-Laval AB
Farm Center Box 39
147 00 TUMBA

Göran Strömberg
Viskafors AB
Box 2059
515 02 VISKAFORS

Thomas Andersson
Volvo Personvagnar AB
Torslandaverken Avd 73960
405 08 GÖTEBORG

Bengt Sjöberg
Saab-Scania AB
Lab
461 80 TROLLHÄTTAN

Alf Gustavsson
Forsheda AB
Laboratoriet
330 12 FORSHEDA

Torbjörn Englesson
Volvo Flygmotor AB
461 81 TROLLHÄTTAN

Per-Olof Martinsson
Värnamo Gummifabrik AB
Box 1004
331 01 VÄRNAMO

Stig Ossiansson
SAAB-SCANIA
Fack
581 88 LINKÖPING

Roland Åkerberg
Gislaved AB
Box 501
332 00 GISLAVED

Ingemar Hedström
Skega AB
934 02 ERSMARK

Roland Andersson
Horda Profil
Box 9
330 17 RYDAHOLM

Stig Hulander
Trelleborg AB
Box 501
231 01 TRELLEBORG

Olle Grip
Trelleborg AB
Box 501
231 00 TRELLEBORG

Thomas Dajen
Sonnex

SP-102

Interlabtest.
Kvarstående töjning, konstant belastning. Material A.

SS 16 22 09 / 86.

Företag: _____
Kontaktperson: _____
Telefon: _____
Provningsdatum: _____
Temperatur: _____ °C

Prov nr	Tjocklek mm	Belastning N	Mätsträcka efter belastning 30 s mm	Mätsträcka efter belastning 59 min mm	Mätsträcka 10 min efter avlastn mm	Kvarstående töjning %
1						
2						
3						
4						
5						
Medelvärde	—	—	—	—	—	

870305

Interlabtest.
Kvarstående töjning, konstant töjning. Material A.

SS 16 22 09 / 86.

Företag: _____
Kontaktperson: _____
Telefon: _____
Provningsdatum: _____
Temperatur: 70 °C
Töjning: 100 %
Tid: 168 h

	Prov nr	Tjock-lek mm	Mätsträcka före mm	Mätsträcka efter mm	Kvarstående töjning %
	1				
	2				
	3				
	4				
	5				
Medelvärde		—	—	—	

870303