1985 : 41

ARKIVEX.
BIBLIOTEKET

STATENS
PROVNINGSANSTALT

Materialteknik
och Mekanik

Karin Nilsson
Göran Spetz
Stefan Öman

JÄMFÖRANDE PROVNING - GUMMIMATERIAL. DEL 3

BESTÄMNING AV SÄTTNING ENLIGT:
SIS 162204

Teknisk Rapport SP-RAPP 1985:41 ISSN 0280-2503
Borås 1985

STATENS PROVNINGSANSTALT
Materialteknik och Mekanik
Polymerteknik, Gummi
Box 857, 501 15 BORÅS
Tel 033-16 50 00

SP-RAPP 1985:41

Karin Nilsson
Göran Spetz
Stefan Öman

JÄMFÖRANDE PROVNING - GUMMIMATERIAL, DEL 3

Sättning enligt SIS 16 22 04

Borås 1985

1922G

INNEHÅLL

1	BAKGRUND	1
2	MÅLSÄTTNING	5
3	SAMMANFATTNING AV RESULTAT	6
4	UNDERSÖKNINGENS UTFÖRANDE	7
4.1	Provkroppstillverkning	7
4.2	Provning	7
4.3	Mätutrustning	9
5	RESULTAT	10
5.1	Tabell; standardavvikelse, reproducerbarhet	10
5.2	Diagram; min-, max- och medelvärden	12
6	INVERKAN PÅ RESULTATET	15
REFERENSER		16

BILAGA 1 Provkroppar

BILAGA 2 Följebrev (2 sidor)

BILAGA 3 Tabeller; sammanställning av enskilda värden (3 sidor)

BILAGA 4 Tabell; sammanställning av standardavvikelse och reproducerbarhet

1 BAKGRUND

Sedan slutet av 1970-talet har vid Statens provningsanstalt, Polymerteknik, förts en interndiskussion om betydelsen av interlaboratorietester.

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

Det hela har "legat i tiden" och i januari 1984 kom ISO/TC-45 med en handledning för ISO 5725-81 "Precision of Test Methods - Determination of Reproducibility by Interlaboratory Tests".

ISO 5725-81 är en beskrivning av hur man går till väga för att bestämma repeterbarhet och reproducerbarhet genom interlaboratorietester.

Handledningen från ISO/TC-45 är ett förtydligande av ISO 5725--81 och innehåller praktiska anvisningar och exempel som är särskilt anpassade för gummiprovningar.

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 de var intresserade av att deltaga

och i så fall vilka standardiserade gummiprovningsmetoder som var aktuella. Intresset var stort och inklusive Statens provningsanstalt anmälde sig 21 laboratorier till deltagande i provningsprogrammet.

Som tredje testmetod valdes sättningsbestämning enligt SIS 16 22 04.

Följande företag har deltagit:

Alfa-Laval AB
Sektion OMP
Box 500
147 00 TUMBA

FFV Underhåll
Avd 9136
Fack
581 82 LINKÖPING

Försvarets Materielverk
BNSM
Materialsektionen
115 88 STOCKHOLM

Gislaved AB
Box 501
332 00 GISLAVED

Volvo Personvagnar AB
Torslandaverken
Avd 73960 TV3
405 08 GÖTEBORG

Forsheda AB
330 12 FORSHEDA

SAAB-SCANIA AB
581 88 LINKÖPING

Trelleborg AB
Centrallaboratoriet
Box 501
231 01 TRELLEBORG

Viskafors Gummifabrik AB
Box 2059
515 02 VISKAFORS

Trelleborg AB
Kontrollavd 1598
Box 501
231 01 TRELLEBORG

Rydaholms Gummifabrik AB
Box 9
330 17 RYDAHOLM

SAAB-SCANIA AB
Scaniadivisionen, Avd BLMMK
151 87 SÖDERTÄLJE

ASEA
Materialavd, Inköpskontoret
721 83 VÄSTERÅS

Skega AB
934 02 ERSMARK

Statens provningsanstalt
Polymerteknik - Gummi
Box 857
501 15 BORÅS

Statens provningsanstalt
Box 5608
114 86 STOCKHOLM

Ordningsföljden i deltagarlistan och numreringen i rapporten har inget samband.

2 MÅLSÄTTNING

Målsättningen för interlabtesterna var att få fram väl underbyggda värden för reproducerbarheten för de använda standardiserade provningsmetoderna. Dessutom förväntade vi oss att resultatet skulle kunna användas som underlag vid en eventuell framtida revidering av standarderna. 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 ifrån handledningen till ISO 5725-81, ISO/TC-45 STANDARD PRACTICE, WG15-SP1, DETERMINATION OF PRECISION FOR TEST METHOD STANDARDS och på så sätt även få den utvärderad.

3 SAMMANFATTNING AV RESULTATEN

Resultaten från undersökningen kan sammanfattas enligt nedan. Tabellen visar avvikelse från medelvärdet mellan laboratorierna.

	Reproducerbarheten (mellan lab)	
Normal provkropp	11,9	%
Liten provkropp	17,1	%
Totalt	14,4	%

Repeterbarheten (inom lab) har inte undersökts.

Avvikelserna är alltså ganska stora, i synnerhet på liten provkropp. Detta gör att försiktighet bör iakttagas vid jämförelse mellan laboratorier.

Reproducerbarheten räknas fram med formeln

$$R = 2,83 \sqrt{S_L^2 + S_r^2}$$

Då ingen repeterbarhet har räknats ut sätts

$$S_r^2 = 0$$

Detta ger en säkerhet på 95 % i resultaten. (Ref. Standard Practice TC 45/WG 15-SP1).

4 UNDERSÖKNINGENS UTFÖRANDE

För att kunna genomföra en bra men inte alltför omfattande undersökning valdes tre material med tre olika sättningsegenskaper - en bra, en "medelbra" och en dålig kvalitet, enligt följande:

1 NR
2 NR-SBR
3 EPDM

4.1 Provkroppstillverkning

Färdiga blandningar i ovanstående kvaliteter införskaffades. Efter homogenisering på laboratorievalsverk vulkaniserades provkroppar med mått enligt SIS 16 22 04 - Bestämning av sättning. Dessa är hos normal provkropp, ø 29 x 12,5 mm och hos liten ø 13 x 6,3 mm. Normal provkropp tillverkades i samtliga kvaliteter genom dubblering av råmaterialet till liten provkropp. Vulkanisering utfördes enligt bilaga 1.

4.2 Provning

Provkroppar och följebrev sändes till deltagarna den 31 oktober 1984 för bestämning av sättning under vecka 47, se bilaga 2.

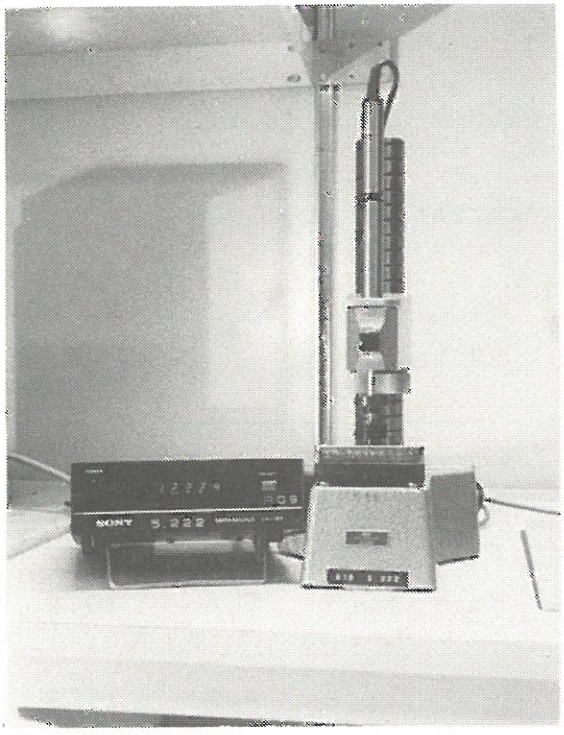
Efter avslutad mätning återsändes protokollen till oss.

Enligt standard kan två olika sammanpressningar användas, dels 25 % av verklig tjocklek och dels sammanpressning med standarddistanser. För normal provkropp är distansen 9,38 ±0,01 mm och för liten provkropp 4,72 ±0,01 mm. Dessa distanser ger teoretiskt en variation på ±3 %. Enligt ISO/TC 45/SC 2/WG 2/ N 39 har denna variation i sammanpressningen ingen betydelse för resultatet. Alltså behandlas alla värden lika i fortsättningen.

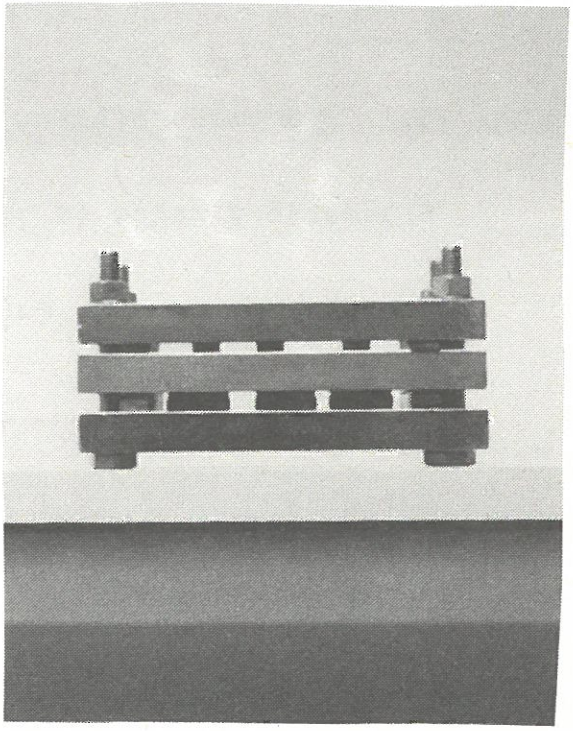
4.3 Mätutrustning

Tjockleksmätning har utförts enligt standard med en undre, cirkulär och plan platta och en övre sfärisk del med mätkraften 0,85 N.

Plattorna var vid provningens början rumstemperade, dvs hade en temperatur av ca 23 °C, samt var smorda enligt standard.



Tjockleksmätare



Sättningsrigg

5 RESULTAT

Resultaten presenteras dels som bearbetade värden i diagramform som visar min-, max- och medelvärden och dels i tabellform.

Anmärkning

De stora variationerna i sättning mellan normal och liten provkropp hos material 3 kan bero på utvulkningsgraden hos EPDM-materialet.

5.1 Sammanställning (inga extremvärden fanns)

Standardavvikelse (S_L)/reproducerbarhet (R)

Egenskap	Material	Medelvärde Sättning, %	S_L	R
Sättning	1 A-C	34,3	3,9	11,0
Normal	2 A-C	66,2	5,0	14,2
Provkropp	3 A-C	38,4	3,6	10,2
(Pol) Medelvärde			4,2	11,9
Sättning	1 a-c	34,4	5,9	16,7
Liten	2 a-c	68,3	6,8	19,2
Provkropp	3 a-c	47,0	5,4	15,3
(Pol) Medelvärde			6,1	17,1

Standardavvikelsen räknas fram med formeln

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

och reproducerbarheten med formeln

$$R = 2{,}83 \sqrt{S_L^2 + S_r^2}$$

(Pol) Medelvärde räknas fram med formeln

$$\bar{x} = \sqrt{\frac{\Sigma x^2}{n}}$$

S_L = standardavvikelse mellan laboratorier

x = mätvärde

h = antal mätvärden

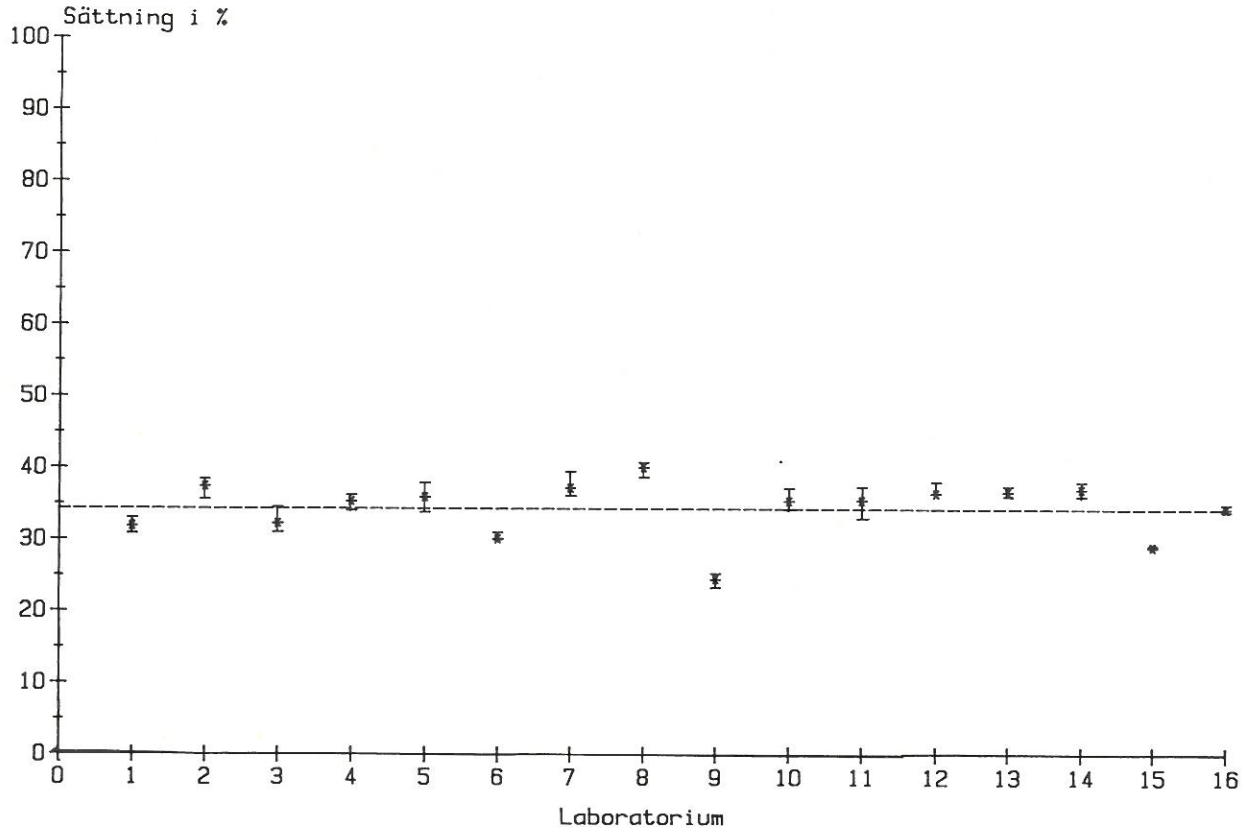
S_r = standardavvikelse inom laboratorier

$S_r = 0$ när enbart reproducerbarheten beräknas

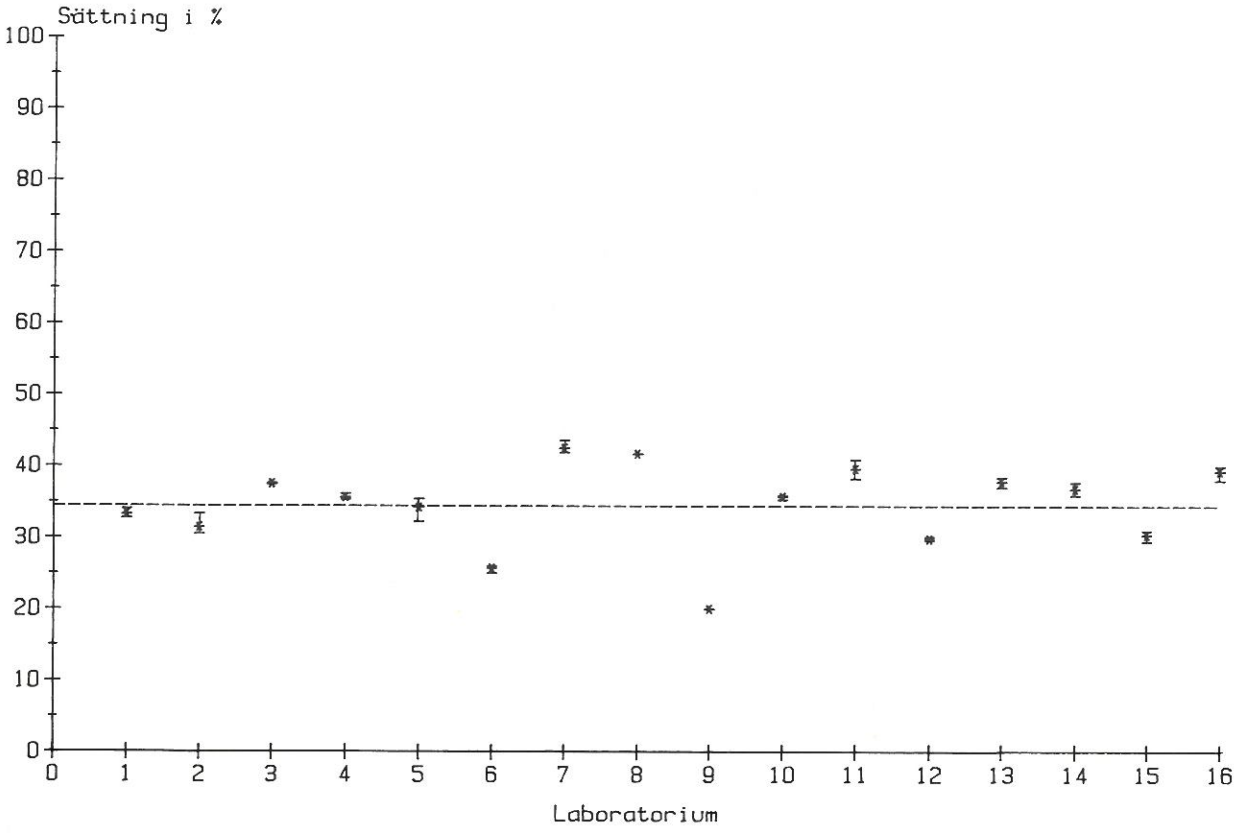
5.2 Material 1

- - - - = Medelvärde på samtliga mätvärden
A-C = normal provkropp a-c = liten provkropp

Material 1 A-C
Min. - max. - medelvärde



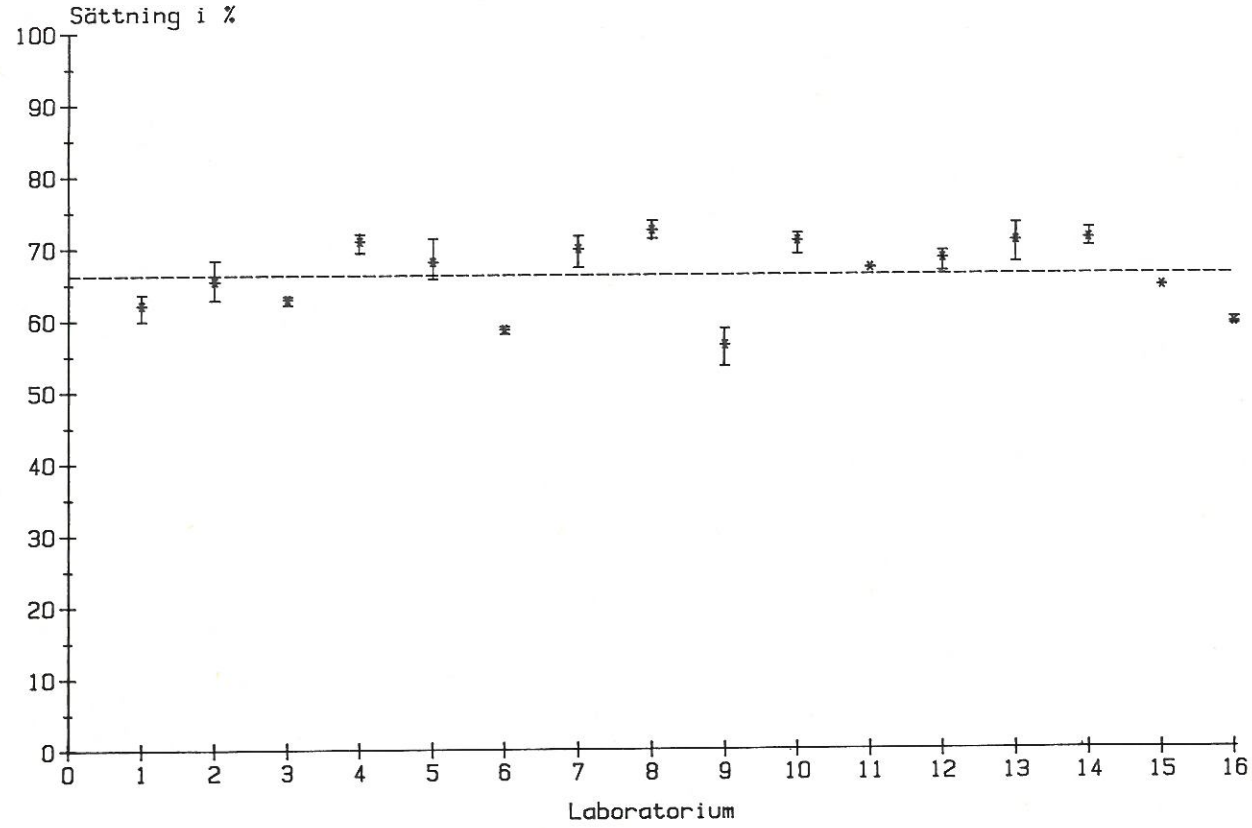
Material 1 a-c
Min. - max. - medelvärde



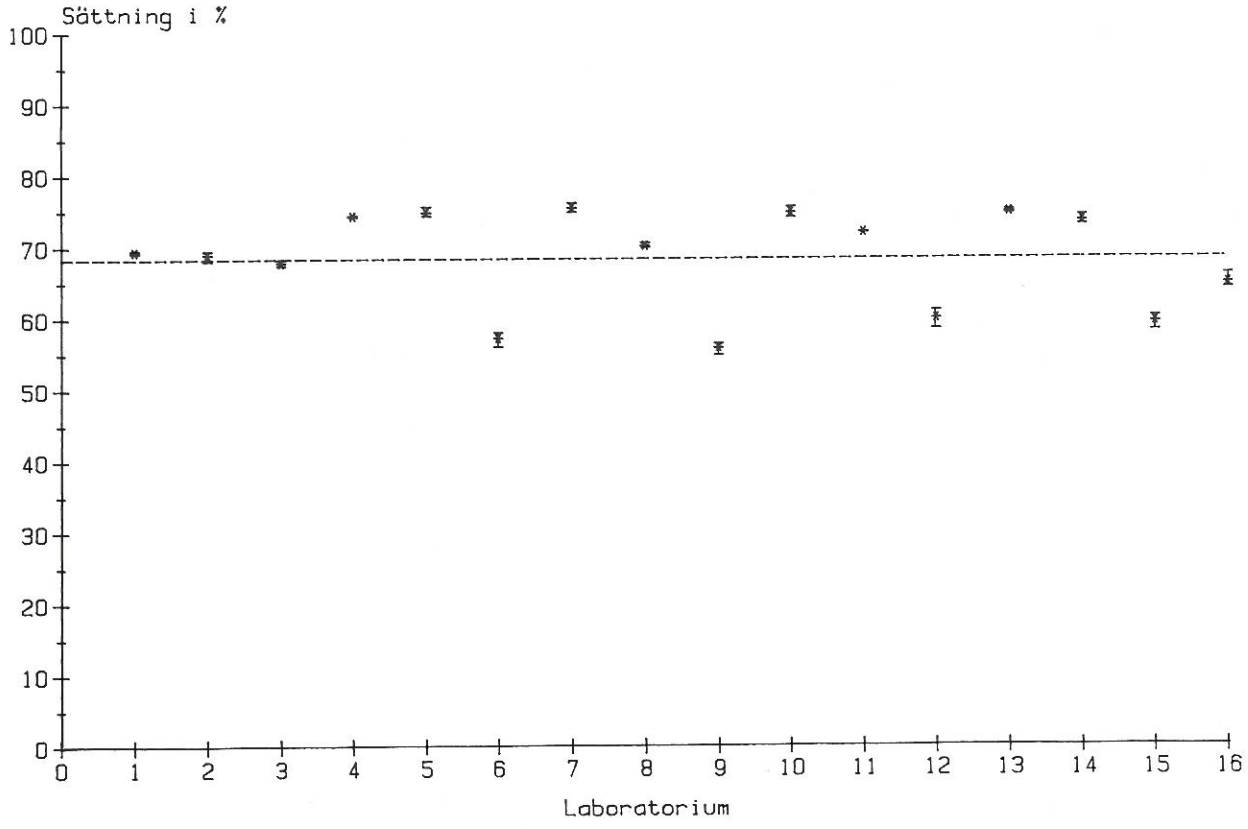
Material 2

---- = Medelvärde på samtliga mätvärden
A-C = normal provkropp a-c = liten provkropp

Material 2 A-C
Min.- max.- medelvärde



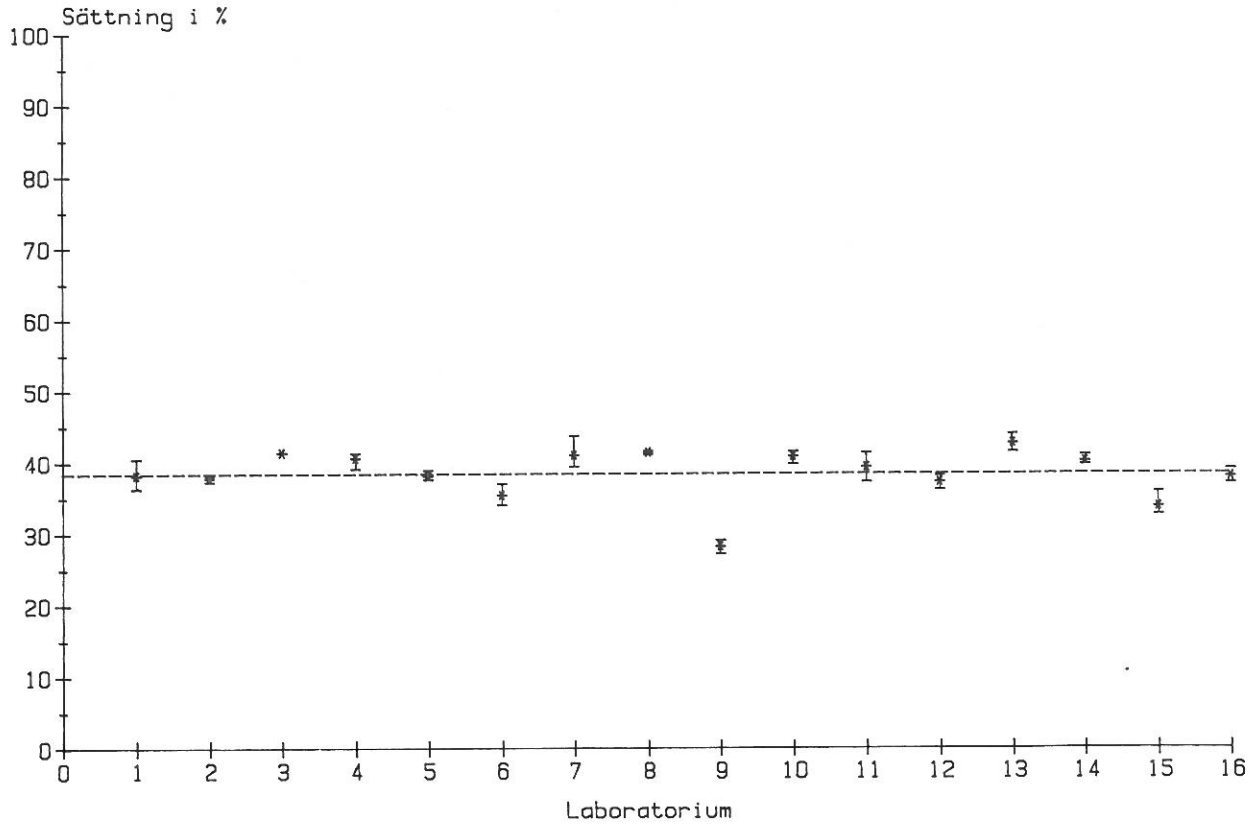
Material 2 a-c
Min.- max.- medelvärde



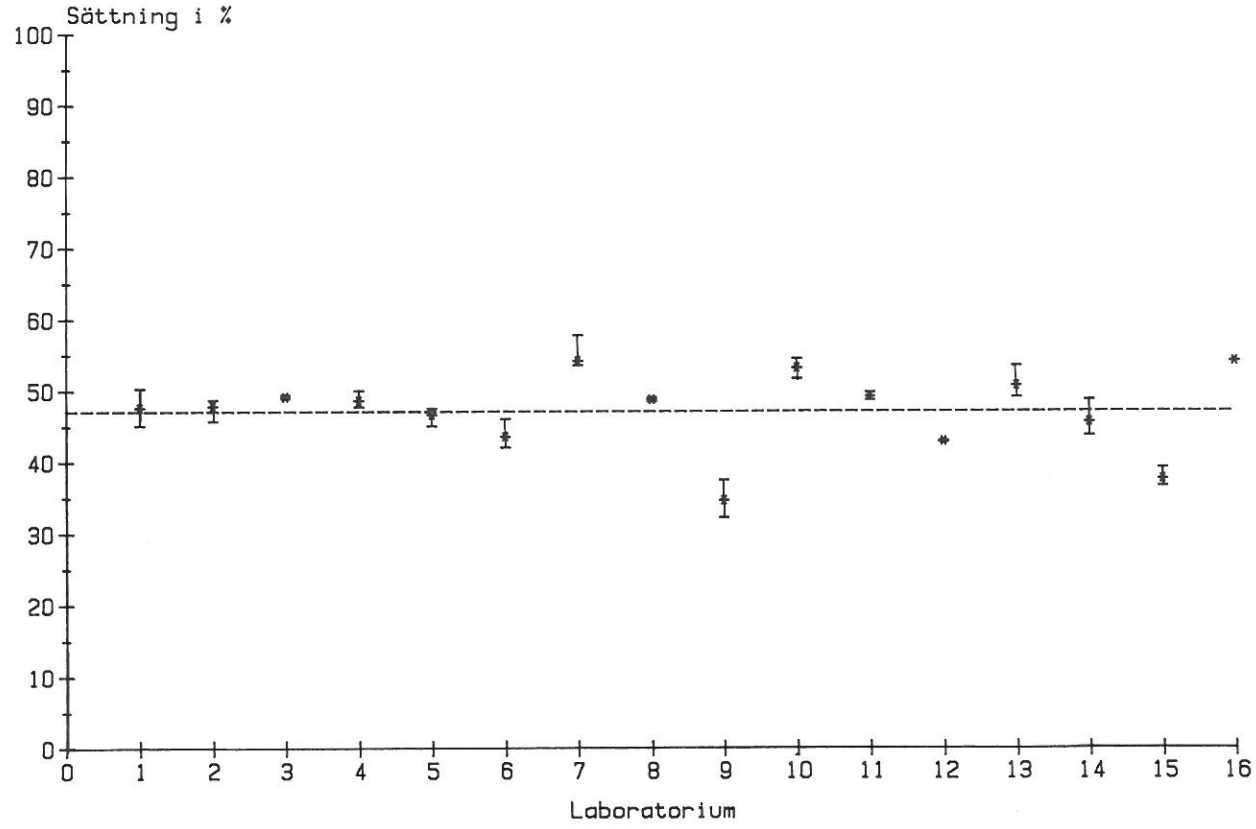
Material 3

---- = Medelvärde på samtliga mätvärden
A-C = normal provkropp a-c = liten provkropp

Material 3 A-C
Min.- max.- medelvärde



Material 3 a-c
Min.- max.- medelvärde



6 INVERKAN PÅ RESULTATET

Några faktorer som kan ha lett till spridningen i resultatet:

- Utvulkningsgraden.

- När har provningen gjorts? Exempelvis har lab 2, 4 och 7 provat under vecka 48, lab 6 och 15 under vecka 49 och lab 11 under vecka 2 påföljande år.

- Hur har tjockleken bestämts? Har belastningen varit den rätta och mäthuvudet sfäriskt enligt standard osv?

- Vilken ytfinish hade sättningsplattorna?

- Hur noggrann är temperaturmätningen i värmeskåpet?

REFERENSER

SIS 16 22 04 - Gummi, bestämning av sättning.

ISO 5725-81 - Precision of Test Methods - Determination of Repeatability and Reproducibility by Interlaboratory Tests.

ISO/TC 45 - STANDARD PRACTICE, WG 15-SP 1 - DETERMINATION OF PRECISION FOR TEST METHOD STANDARD.

ISO/TC 45/SC 2/WG 2/N 39 - COMPRESSION SET. 2. Effect of applied compression.

PROVKROPPAR

Normal provkropp

Material	Polymer	Vulktemp, °C	Vulktid, min
1	NR	160	8
2	NR/SBR	160	8
3	EPDM	160	21

Liten provkropp

Material	Polymer	Vulktemp, °C	Vulktid, min
1	NR	160	4
2	NR/SBR	160	5
3	EPDM	160	13

Presstrycket var för

- normal provkropp 75 MPa
- liten provkropp 22 MPa

STATENS
PROVNINGSANSTALT
National Testing Institute
Materialteknik och mekanik
Karin Larsson, kl
direkttel 033-16 53 20

Bilaga 2 A

Datum/Our date
1984-10-31

Beteckning/Our reference

Ert datum/Your date

Er beteckning/Your reference

Mottagare
enligt sändlista

Interlabtest - sättning
(2 bilagor)

Bilagt översänds provkroppar samt resultatformulär.

Provningen utförs enligt SIS 16 22 04. 3 st provkroppar av vardera storleken provas vid 70 ±1 °C i 72 $^{+0}_{-2}$ h. Sammantryckning: 25 %. Samtliga plattor skall smörjas enligt standard och ha en temperatur av 23 °C vid provningens början.

Provningen bör utföras under vecka 47.

Provningsresultaten önskas i retur snarast möjligt.

Med vänlig hälsning

STATENS PROVNINGSANSTALT
Polymerteknik - Gummi

För Göran Spetz

Karin Larsson
Karin Larsson

Bilagor

1 Resultatformulär
2 Sändlista
3 Provkroppar

SP-302

Bilaga 2 B

Interlabtest- Sättning

Sammantryckning 25 %

Temp 70 ± 1 °C Företag:

Tid 70 ± 2 h

Prov		Tjocklek, mm		Sättning	Anmärkningar	
Material	bet	Före	Efter	%	Provnings-datum	
1	A					
"	B					
"	C					
"	a					
"	b					
"	c					
2	A					
"	B					
"	C					
"	a					
"	b					
"	c					
3	A					
"	B					
"	C					
"	a					
"	b					
"	c					

OBS A, B, C= stor provkropp

a, b, c= liten provkropp

INTERLABTEST - Material 1 A-c

	Material 1 A-C				Material 1 a-c			
	Provkropp				Provkropp			
Lab	A	B	C	$\bar{x}$	a	b	c	$\bar{x}$
1	31,7	33,0	30,8	31,8	32,9	34,0	32,7	33,2
2	38,2	38,4	35,6	37,4	30,5	33,3	30,5	31,4
3	31,0	34,5	31,0	32,2	37,6	37,4	37,6	37,5
4	34,0	35,8	36,2	35,3	35,3	35,3	36,1	35,6
5	37,9	36,0	33,8	35,9	34,9	32,2	35,4	34,2
6	31,0	30,0	30,0	30,3	26,0	25,0	26,0	25,7
7	36,2	39,5	36,1	37,2	41,9	42,1	43,6	42,5
8	40,7	40,8	38,7	40,1	41,7	41,7	41,7	41,7
9	24,3	23,8	25,3	24,5	20,0	20,0	20,0	20,0
10	37,2	34,2	34,9	35,4	35,9	35,9	35,3	35,7
11	36,2	33,0	37,4	35,5	38,2	40,9	-	39,6
12	34,3	37,2	38,1	36,5	29,6	29,6	30,1	29,8
13	37,5	36,6	36,1	36,7	38,1	38,4	37,0	37,8
14	38,1	36,9	36,1	37,1	37,0	37,7	35,9	36,8
15	29,3	29,0	29,0	29,1	29,5	30,8	31,0	30,4
16	34,0	35,0	35,0	34,4	38,0	40,0	40,0	39,3

INTERLABTEST - Material 2 A-c

	Material 2 A-C				Material 2 a-c			
	Provkropp				Provkropp			
Lab	A	B	C	$\bar{x}$	a	b	c	$\bar{x}$
1	59,9	62,9	63,6	62,1	69,2	69,6	69,4	69,4
2	62,8	65,0	68,3	65,4	69,3	69,5	68,1	69,0
3	63,3	63,3	62,1	62,9	67,4	68,0	68,2	67,8
4	71,9	71,6	69,3	70,9	74,2	74,4	74,4	74,3
5	71,3	65,7	67,0	68,0	74,3	75,6	74,6	74,8
6	58,0	59,0	59,0	58,6	58,0	56,0	57,0	57,0
7	71,6	70,7	67,2	69,8	74,8	75,2	76,1	75,4
8	72,2	71,2	73,7	72,4	70,5	69,9	69,9	70,1
9	58,7	53,4	57,0	56,4	56,4	56,1	54,8	55,8
10	71,9	69,0	71,8	70,9	74,0	74,7	75,5	74,7
11	67,1	-	-	67,1	71,9	-	-	71,9
12	69,4	69,3	66,6	68,4	58,4	61,0	60,3	59,9
13	71,6	67,8	73,2	70,8	74,5	74,7	75,0	74,7
14	70,0	70,8	72,5	71,1	73,1	72,9	74,2	73,4
15	64,5	64,5	64,5	64,5	59,8	60,1	58,1	59,3
16	60,0	59,0	59,0	59,3	65,0	66,0	64,0	64,7

INTERLABTEST - Material 3 A-c

	Material 3 A-C				Material 3 a-c			
	Provkropp				Provkropp			
Lab	A	B	C	$\bar{x}$	a	b	c	$\bar{\bar{x}}$
1	40,5	37,7	36,3	38,2	47,4	45,1	50,3	47,6
2	37,3	38,2	37,8	37,8	46,6	45,7	48,7	47,0
3	41,4	41,4	41,4	41,4	48,9	49,1	49,4	49,1
4	41,3	39,1	41,2	40,6	50,0	47,7	48,2	48,6
5	38,9	38,0	37,6	38,1	45,0	47,5	47,2	46,6
6	34,0	35,0	37,0	35,4	42,0	42,0	46,0	43,5
7	39,4	43,7	39,9	41,0	51,0	57,7	53,5	54,1
8	41,6	41,1	41,4	41,4	48,4	49,0	48,7	48,7
9	29,1	27,2	28,2	28,2	32,2	34,1	37,4	34,6
10	41,5	41,3	39,7	40,8	54,4	51,6	53,2	53,1
11	37,2	41,3	39,4	39,3	48,6	49,0	49,7	49,1
12	36,1	38,1	37,4	37,2	42,9	42,9	42,7	42,8
13	41,4	43,9	42,5	42,6	49,0	53,4	49,3	50,6
14	39,8	39,6	41,0	40,1	43,6	48,6	44,4	45,5
15	32,6	32,6	35,8	33,7	39,1	36,9	36,5	37,5
16	37,0	37,0	39,0	37,9	54,0	54,0	-	54,0

Standardavvikelse (S_L)/Reproducerbarhet (R)

	1 A-C			1 a-c			2 A-C			2 a-c			3 A-C			3 a-c		
Lab	$\bar{x}$	S_L	R	$\bar{x}$	S_L	R	$\bar{x}$	S_L	R	$\bar{x}$	S_L	R	$\bar{x}$	S_L	R	$\bar{x}$	S_L	R
1	31,8	1,1	2,5	33,2	0,7	2,0	62,1	2,0	5,7	69,4	0,2	0,6	38,2	2,1	5,9	47,6	2,6	7,4
2	37,4	1,6	4,5	31,4	1,6	4,5	65,4	2,7	7,6	69,0	0,7	2,0	37,8	0,4	1,1	47,0	1,5	4,2
3	32,2	2,0	5,7	37,5	0,1	0,3	62,9	0,7	2,0	67,8	0,4	1,1	41,4	0	0	49,1	4,2	11,9
4	35,3	1,2	3,4	35,6	0,5	1,4	70,9	1,4	4,0	74,3	0,1	0,3	40,6	1,2	3,4	48,6	1,2	3,4
5	35,9	2,0	5,7	34,7	1,7	4,8	68,0	2,9	8,2	74,8	0,7	2,0	38,1	0,7	2,0	46,6	1,4	4,0
6	30,1	0,6	1,7	25,7	0,6	1,7	58,6	0,6	1,7	57,2	1,0	2,8	35,4	1,5	4,2	43,5	2,3	6,5
7	37,2	1,9	5,4	42,5	0,9	2,5	69,8	2,3	6,5	75,4	0,7	2,0	41,0	2,4	6,8	54,1	3,4	9,6
8	40,1	1,2	3,4	41,7	0	0	72,4	1,3	3,7	70,1	0,3	0,8	41,4	0,3	0,8	48,7	0,3	0,8
9	24,5	0,8	2,3	20,0	0	0	56,4	2,7	7,6	55,8	0,8	2,3	28,2	1,0	2,8	34,6	2,6	7,4
10	35,4	1,6	4,5	35,7	0,3	0,8	70,9	1,6	4,5	74,7	0,8	2,3	40,8	1,0	2,8	53,1	1,4	4,0
11	35,5	2,3	6,5	xx 39,6	1,9	5,4	x 67,1	0	0	x 71,9	0	0	39,3	2,0	5,7	43,1	0,6	1,7
12	36,5	2,0	5,7	29,8	0,3	0,8	68,4	1,6	4,5	59,9	1,3	33,7	37,2	1,0	2,8	42,8	0,1	0,3
13	36,7	0,7	2,0	37,8	2,8	7,9	70,8	1,3	3,7	74,7	0,7	2,0	42,6	0,3	0,8	50,6	2,5	7,1
14	37,1	1,0	2,8	36,8	0,9	2,5	71,1	1,3	3,7	73,4	0,7	2,0	40,1	0,8	2,3	45,5	2,7	7,6
15	29,1	0,2	0,6	30,4	0,8	2,3	64,5	0	0	59,3	1,1	3,1	33,7	1,9	5,4	37,5	1,4	4,0
16	34,4	0,6	1,7	39,3	0,8	2,3	59,3	0,9	2,5	64,7	1,0	2,8	37,9	1,0	4,0	54,0	0,2	0,6
S:a	34,3	3,9	11,0	34,4	5,9	16,7	66,2	5,0	14,2	68,3	6,8	19,2	38,4	3,6	10,2	47,0	5,4	15,3

x = bestämning på 1 provkropp
xx = bestämning på 2 provkroppar

Bilaga 4