《胶乳 总固体含量的测定》

（征求意见稿）编制说明

1 简况

1.1 任务来源

根据国标委综合〔2014〕89号文件“国家标准委关于下达2014年第二批国家标准制修订计划的通知”，国家标准修订项目《天然胶乳 总固体含量的测定》（项目编号20142665-T-606），对GB/T 8298-2008《浓缩天然胶乳 总固体含量的测定》进行修订。由中国石油和化学工业联合会提出，全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会天然橡胶分技术委员会（SAC/TC 35/SC 8）归口，中国热带农业科学院农产品加工研究所、中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、广东省广垦橡胶集团有限公司茂名分公司负责起草, 完成期限至2016年12月。

1.2 本标准修订的意义

总固体含量是天然胶乳和合成胶乳规格中的重要指标，天然胶乳总固体含量测定有关的准确测定总固体含量对加工工艺、产品质量和贸易都非常重要。天然胶乳总固体含量是GB/T 8289-2008《浓缩天然胶乳 氨保存离心或膏化胶乳 规格》中规定了11项技术指标之一；在GB/T 8292《浓缩天然胶乳 挥发脂肪酸值的测定》、GB/T 8297《浓缩天然胶乳 氢氧化钾（KOH）值的测定》、GB/T 8301《浓缩天然胶乳 机械稳定度的测定》、《浓缩天然胶乳 硫化胶乳 黏度的测定》、GB/T 180118《浓缩天然胶乳 干胶膜制备》等均涉及总固体含量测定；合成胶乳总固体的含量也是合成橡胶胶乳产品标准中必检项目，而且测定合成胶乳粘度、表面张力、高速机械稳定性等项目必需先测定总固体含量。

国际标准化组织（ISO）于1974年首次制定ISO 124《胶乳 总固体含量的测定》，随后于1985、1992、1997、2008、2011和2014年进行了共进行了6次修订，最新版本（第七版，ISO 124：2014）与第六版（ISO 124：2011）相比，技术要求有了较大变化，主要反映在：（1）标准适用范围扩大至包含新鲜胶乳；（2）规定了在争议时仲裁使用的测定方法；（3）精密度数据包括了新鲜胶乳总固体含量的测定方法。

1987年，我国参照ISO124:1985制定了国家标准GB/T 8298-1987《天然浓缩胶乳 总固体含量的测定》，并于2001等效采用ISO 124：1997的“天然胶乳总固体含量的测定”部分修订为GB/T 8298-2001《浓缩天然胶乳 总固体含量的测定》，2008年修改采用ISO 124：1997修订为GB/T 8298-2001《浓缩天然胶乳 总固体含量的测定》，适用于浓缩天然胶乳总固体含量的测定；1992年,我国等效采用ISO 124：1985制定石化行业标准SH/T 1154-1992《合成胶乳 总固物含量的测定》，1999年等效采用ISO 124:1997修订为SH/T 1154-1999《合成橡胶胶乳总固物含量的测定》，2011年修改采用ISO 124：2008修订为SH/T 1154-2011《合成橡胶胶乳总固物含量的测定 》，适用于合成胶乳总固物含量的测定。由此可见，GB/T 8298和SH/T 1154自制定以来都修改采用ISO 124，分别适用于浓缩天然胶乳和合成胶乳，而且在术语上也不统一。

本项目原拟修改采用ISO 124：2014对GB/T 8298-2008进行修订，适用于浓缩天然胶乳和新鲜天然胶乳。根据全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会“推荐性标准体系优化和复审研究试点工作”和2016年“化工行业推荐性标准集中复审工作”的结果，建议等同采用ISO 124：2011整合修订GB/T 8298-2008和SH/T 1154-2011，并将标准名称改为《胶乳 总固体含量的测定》，适用于天然胶乳和合成胶乳。

本次修订使胶乳总固体含量测定方法标准更好地与国际标准接轨，也使本标准技术内容更加规范，将有利于对国产和进口胶乳的质量监管，为我国天然胶乳和合成胶乳的生产和国际贸易提供技术保障。

1.3 主要工作过程

2014年12月，在国家标准修订项目计划下达后，成立了标准修订小组，拟定工作大纲，进行任务分工。

根据GB/T 8298拟修订的技术要求，标准起草小组深入生产单位考察、调研，了解GB/T 8289-2008实施情况，还通过与相关单位的技术人员和管理人员讨论标准修订的内容，听取各单位的意见。同时，针对ISO 124：2014在技术内容方面的修订，全国橡标委天然橡胶分技术委员会、合成橡胶分技术委员会分别组织开展了天然胶乳和合成胶乳的总固体含量测定验证试验（试验结果见附件“胶乳总固体含量的验证试验总结”）。试验结果显示，测定方法的重复性和再现性都达到了ISO 124:2014中的要求。在上述工作的基础上，经过综合分析，确定了本标准修订后的征求意见稿。现发送给教学、科研、生产、检验等单位的专家、工程技术人员广泛征求意见。

1. 关于编写原则和技术内容确定依据的说明

2.1 标准编写原则

2.1.1 本标准按GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第１部分：标准的结构和编写规则》和GB/T 20000.2-2009《标准化工作指南 第2部分：采用国际标准》给出的规则编制，使标准在结构、语言表述和编排格式上符合统一的要求。

2.1.2 根据我国天然胶乳和合成胶乳检验方法的技术要求以及当前技术水平，遵循科学性、合理性、经济性和可操作性的原则，对原标准的技术内容进行了修订。

2.1.3 在标准的名称、技术要求结构和内容、用语等方面与橡胶和橡胶制品标准体系保持一致。

* 1. 标准中主要修订技术内容的确定
     1. 关于本标准与GB/T 8298-2008主要技术差异的说明

2.2.1.1标准名称和使用范围

与GB/T 8298-2008相比，本标准的名称由《浓缩天然胶乳 总固体含量的测定》修改为《胶乳 总固体含量的测定》，适用范围从原来的只适用于浓缩天然胶乳修改为不仅适用于浓缩天然胶乳，还适用于新鲜天然胶乳和合成胶乳。

对于国际标准ISO 124 Latex, rubber--Determination of total solids content 中“total solids”，国家标准GB/T 8298自1987年首次制定以来，一直是使用“总固体”的译名，而石化行业标准SH/T 1154自1992年首次制定后，则是使用“总固物”的译名。因此，本次整合修订GB/T 8298-2008和SH/T 1154-2011，有必要统一该译名。据检索，国家标准GB/T 14795-2008《天然橡胶 术语》和GB/T 9881-2008《橡胶 术语》中均有关于“总固体”的词条，其中GB/T 14795-2008的12.4 为“总固体 total solids”,GB/T 9881-2008的2.438为“总固体含量 total solids, residue after drying”；另外，出入境检验检疫行业标准SN/T 3371-2012/ISO 124：2008《橡胶胶乳 总固体含量的测定》对于“total solids”也是使用“总固体”的译名。

天然胶乳和合成胶乳的总固体含量测定方法标准同属于橡胶与橡胶制品标准体系，术语的统一将有利于标准的使用。

2.2.1.2 天然胶乳总固体含量测定方法的修改

与GB/T 8298-2008相比，本标准在天然胶乳总固体含量测定方面进行了如下修改：（1）对烘箱在70℃加热的温度控制范围由“70℃±5℃”改为“70℃±2℃”（见4.2、6.2,2008年版的4.2、第6章）；（2）增加在70℃下加热为仲裁方法（见6.1）；（3）将2008年版第8章的条文改为“参见附录A”,并增加了用新鲜天然胶乳测定的精密度内容（见第8章、附录A，2008年版的第8章）。

2.2.1.3增加合成胶乳总固体含量测定方法

与GB/T 8298-2008相比，本标准增加了合成胶乳总固体含量的测定方法，包括：（1）常压、温度为70℃和105℃下加热的方法；（2）常压、温度最高达160℃下加热的方法；（3）减压下加热的方法。

* + 1. 关于本标准等同采用ISO 124：2014的说明

根据采用国际标准的原则，如没有气候、地理或基本技术问题，应尽可能等同采用国际标准。“胶乳总固体含量的验证试验总结”（见附件）的结果表明，我国的技术水平满足等同采用国际标准的要求，因此，本次整合修订GB/T 8298-2008和SH/T 1154-2011拟等同采用相应的国际标准ISO 124：2014。通过采用国际最新技术对现行国家标准进行修订，使胶乳总固体含量测定的技术要求与国际标准协调一致，将有利于对国产和进口胶乳的质量监管，促进行业科技进步，并为国际贸易提供便利。

3 本标准与有关现行法律、法规和强制性标准没有冲突。

4 本标准（征求意见稿）在修订过程中尚未出现重大意见分歧。

5 建议本标准作为推荐性标准发布实施。

6 本标准宣贯时应包括系列内容：

（1）介绍本标准修订的原因、过程及意义；

（2）介绍和解释本标准的主要技术内容；

（3）本标准实施过程中可能遇到的问题及解决办法。

**7** 本标准宣贯时建议采用下列形式：

（1）举办有关生产使用企业和检验机构的有关人员参加的标准宣贯培训班；

（2）由本标准起草人员到有关企业和检验机构，对相关人员进行现场宣讲、示范操作。

《胶乳 总固体含量的测定》起草小组

2016年11月15日

附件

胶乳总固体含量的测定

验证试验总结

根据整合修订GB/T 8298-2008和SH/T 1154-2011拟等同采用的ISO 124：2014技术要求，全国橡标委天然橡胶分技术委员会秘书处、合成橡胶分技术委员会秘书处分别组织了天然胶乳和合成胶乳的总固体含量测定的验证试验。

1 天然胶乳总固体含量的测定验证试验

1.1 新鲜天然胶乳和浓缩天然胶乳的总固体含量测定试验

全国橡标委天然橡胶分技术委员会秘书处组织了广东省广垦橡胶集团有限公司茂名分公司（实验室A）、中国热带农业科学院农产品加工研究所（实验室B）和农业部热带作物产品加工重点实验室（实验室C），按照ISO 124：2014的规定，在70℃±2℃、105℃±5℃的干燥温度下对3个新鲜天然胶乳样品（FL-1、FL-2、FL-3）和2个浓缩天然胶乳样品（NRLC-1、NRLC-2）的总固体含量（%/质量分数）进行测定，每个样品重复3次试验、每次试验双份平行测定，结果见表1和表2。为了便于比较，将计算所得的结果平均值（）、实验室内标准差（Sr）、重复性估算值（r）和再现性估算值（R）也列于表1中。

从表1可见，所有试验的双份平行测定结果之差均不超过0.2%（ISO 124：2014规定的最高限值），而70℃±2℃下所得结果比105℃±5℃下所得结果稍低些。

新鲜天然胶乳总固体含量的测定方法精密度：（1）在70℃±2℃的干燥温度下，FL-1样品的实验室内重复性估算值（r）分别为0.142、0.043、0.099，实验室间再现性估算值（R）为0.134；FL-2样品的实验室内重复性估算值（r）分别为0.085、0.085、0.161，实验室间再现性估算值（R）为0.185；FL-3样品的实验室内重复性估算值（r）分别为0.113、0.124、0.099，实验室间再现性估算值（R）为0.204。这些精密度估算值均符合ISO 124：2014的规定；（2）虽然ISO 124：2014并没有规定在105℃±5℃的干燥温度下的精密度值，但为了了解有关情况，本次试验也对其精密度结果进行了计算。在105℃±5℃的干燥温度下：FL-1样品的实验室内重复性估算值（r）分别为0.285、0.229、0.315，实验室间再现性估算值（R）为0.299；FL-2样品的实验室内重复性估算值（r）分别为0.230、0.257、0.212，实验室间再现性估算值（R）为0.406；FL-3样品的实验室内重复性估算值（r）分别为0.408、0.270、0.334，实验室间再现性估算值（R）为0.529。这些精密度结果大部分符合ISO 124：2014的规定。

浓缩天然胶乳总固体含量的测定方法精密度：（1）在70℃±2℃的干燥温度下，NRLC-1样品的实验室内重复性估算值（r）分别为0.056、0.034 、0.034，实验室间再现性估算值（R）为0.123；NRLC-2样品的实验室内重复性估算值（r）分别为0.017、0.042、0.034，实验室间再现性估算值（R）为0.107；（2）在105℃±5℃的干燥温度下：NRLC-1样品的实验室内重复性估算值（r）分别为0.134、0.071、0.098，实验室间再现性估算值（R）为0.081；NRLC-2样品的实验室内重复性估算值（r）分别为0.163、0.032、0.107, 实验室间再现性估算值（R）为0.085。以上精密度估算值都符合ISO 124：2014的规定。

1.2 天然胶乳总固体含量测定结论

1.2.1 本标准对天然胶乳规定的2种温度（70℃±2℃、105℃±5℃）试验方法，双份平行测定结果之差均不大于0.2%（ISO 124：2014的最大限值）。

1.2.2　精密度符合ISO 124：2014的要求。

**表1 新鲜胶乳（FL）总固体含量测定**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 条件 | 样品 | 测定次数 | 实验室A | | | 实验室B | | | 实验室C | | |
| 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 |
| 70℃ × 16 h | FL-1 | 1 | 29.74 | 29.73 | 29.74 | 29.73 | 29.77 | 29.75 | 29.79 | 29.77 | 29.78 |
| 2 | 29.70 | 29.69 | 29.70 | 29.79 | 29.73 | 29.76 | 29.71 | 29.79 | 29.75 |
| 3 | 29.64 | 29.64 | 29.64 | 29.75 | 29.81 | 29.78 | 29.83 | 29.85 | 29.84 |
|  | 29.69 | | 29.69 | 29.76 | | 29.76 | 29.79 | | 29.79 |
| *Sr* | 0.043 | | 0.050 | 0.033 | | 0.015 | 0.049 | | 0.0359 |
| *r* | - | | 0.142 | - | | 0.043 | - | | 0.099 |
| *R* | 0.134 | | | | | | | | |
| FL-2 | 1 | 22.38 | 22.36 | 22.37 | 22.46 | 22.44 | 22.45 | 22.44 | 22.45 | 22.44 |
| 2 | 22.34 | 22.33 | 22.34 | 22.50 | 22.47 | 22.48 | 22.51 | 22.52 | 22.52 |
| 3 | 22.30 | 22.31 | 22.31 | 22.50 | 22.35 | 22.42 | 22.39 | 22.44 | 22.41 |
|  | 22.34 | | 22.34 | 22.45 | | 22.45 | 22.46 | | 22.46 |
| *Sr* | 0.030 | | 0.03 | 0.056 | | 0.03 | 0.049 | | 0.057 |
| *r* | - | | 0.085 | - | | 0.085 | - | | 0.161 |
| *R* | 0.185 | | | | | | | | |
| FL-3 | 1 | 31.10 | 31.20 | 31.15 | 31.18 | 31.15 | 31.16 | 31.23 | 31.28 | 31.26 |
| 2 | 31.18 | 31.19 | 31.19 | 31.21 | 31.28 | 31.24 | 31.29 | 31.29 | 31.29 |
| 3 | 31.12 | 31.10 | 31.11 | 31.25 | 31.21 | 31.23 | 31.37 | 31.30 | 31.33 |
|  | 31.15 | | 31.15 | 31.21 | | 31.21 | 31.29 | | 31.29 |
| *Sr* | 0.047 | | 0.040 | 0.047 | | 0.044 | 0.045 | | 0.0355 |
| *r* | - | | 0.113 | - | | 0.124 | - | | 0.099 |
| *R* | 0.204 | | | | | | | | |
| 105℃ × 2 h | FL-1 | 1 | 30.01 | 29.98 | 30.00 | 30.06 | 30.05 | 30.06 | 30.06 | 30.06 | 30.06 |
| 2 | 29.88 | 29.87 | 29.88 | 29.97 | 30.02 | 30 | 29.99 | 29.96 | 29.98 |
| 3 | 29.79 | 29.80 | 29.80 | 30.15 | 30.17 | 30.16 | 30.16 | 30.23 | 30.20 |
|  | 29.89 | | 29.89 | 30.07 | | 30.07 | 30.08 | | 30.08 |
| *Sr* | 0.091 | | 0.101 | 0.077 | | 0.081 | 0.102 | | 0.111 |
| *r* | - | | 0.285 | - | | 0.229 | - | | 0.315 |
| *R* | 0.299 | | | | | | | | |
| FL-2 | 1 | 22.60 | 22.58 | 22.59 | 22.63 | 22.67 | 22.65 | 22.72 | 22.62 | 22.67 |
| 2 | 22.45 | 22.42 | 22.44 | 22.80 | 22.87 | 22.83 | 22.77 | 22.71 | 22.74 |
| 3 | 22.45 | 22.47 | 22.46 | 22.79 | 22.73 | 22.76 | 22.78 | 22.87 | 22.82 |
|  | 22.50 | | 22.50 | 22.75 | | 22.75 | 22.74 | | 22.74 |
| *Sr* | 0.076 | | 0.081 | 0.089 | | 0.091 | 0.084 | | 0.075 |
| *r* | - | | 0.230 | - | | 0.257 | - | | 0.212 |
| *R* | 0.406 | | | | | | | | |
| FL-3 | 1 | 31.47 | 31.54 | 31.51 | 31.55 | 31.67 | 31.61 | 31.56 | 31.68 | 31.62 |
| 2 | 31.27 | 31.25 | 31.26 | 31.76 | 31.84 | 31.80 | 31.61 | 31.77 | 31.69 |
| 3 | 31.26 | 31.26 | 31.26 | 31.67 | 31.76 | 31.72 | 31.49 | 31.43 | 31.46 |
|  | 31.34 | | 31.34 | 31.71 | | 31.71 | 31.59 | | 31.59 |
| *Sr* | 0.128 | | 0.144 | 0.101 | | 0.095 | 0.124 | | 0.118 |
| *r* | - | | 0.408 | - | | 0.270 | - | | 0.334 |
| *R* | 0.529 | | | | | | | | |

**表2 浓缩胶乳（NRCL）总固体含量测定**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 条件 | 样品 | 测定次数 | 广垦茂名 | | | 加工所 | | | 重点室 | | |
| 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 |
| 70℃ × 16 h | NRLC-1 | 1 | 60.89 | 60.89 | 60.89 | 60.94 | 60.97 | 60.96 | 60.96 | 61.00 | 60.98 |
| 2 | 60.91 | 60.94 | 60.93 | 60.98 | 60.97 | 60.98 | 61.01 | 60.99 | 61.00 |
| 3 | 60.92 | 60.9 | 60.91 | 60.99 | 60.98 | 60.98 | 61.00 | 61.00 | 61.00 |
|  | 60.91 | | 60.91 | 60.97 | | 60.97 | 60.99 | | 60.99 |
| *Sr* | 0.019 | | 0.020 | 0.017 | | 0.012 | 0.018 | | 0.012 |
| *r* | - | | 0.056 | - | | 0.034 | - | | 0.034 |
| *R* | 0.123 | | | | | | | | |
| NRLC-2 | 1 | 63.59 | 63.63 | 63.61 | 63.64 | 63.73 | 63.68 | 63.67 | 63.66 | 63.66 |
| 2 | 63.6 | 63.59 | 63.6 | 63.67 | 63.71 | 63.69 | 63.68 | 63.64 | 63.66 |
| 3 | 63.61 | 63.6 | 63.61 | 63.68 | 63.64 | 63.66 | 63.66 | 63.71 | 63.68 |
|  | 63.60 | | 63.60 | 63.68 | | 63.68 | 63.67 | | 63.67 |
| *Sr* | 0.015 | | 0.006 | 0.036 | | 0.015 | 0.024 | | 0.012 |
| *r* | - | | 0.017 | - | | 0.042 | - | | 0.034 |
| *R* | 0.107 | | | | | | | | |
| 105℃ × 2 h | NRLC-1 |  | 61.01 | 61.01 | 61.01 | 61.02 | 61.11 | 61.06 | 61.06 | 61.15 | 61.1 |
|  | 61.07 | 61.09 | 61.08 | 61.06 | 61.1 | 61.08 | 61.08 | 61.12 | 61.1 |
|  | 61.11 | 61.09 | 61.1 | 61.12 | 61.1 | 61.11 | 61.12 | 61.2 | 61.16 |
|  | 61.06 | | 61.06 | 61.08 | | 61.08 | 61.12 | | 61.12 |
| *Sr* | 0.043 | | 0.047 | 0.038 | | 0.025 | 0.050 | | 0.035 |
| *r* | - | | 0.134 | - | | 0.071 | - | | 0.098 |
| *R* | 0.081 | | | | | | | | |
| NRLC-2 | 1 | 63.72 | 63.72 | 63.72 | 63.68 | 63.71 | 63.7 | 63.72 | 63.7 | 63.71 |
| 2 | 63.58 | 63.66 | 63.62 | 63.69 | 63.74 | 63.72 | 63.59 | 63.69 | 63.64 |
| 3 | 63.62 | 63.62 | 63.62 | 63.72 | 63.72 | 63.72 | 63.70 | 63.70 | 63.70 |
|  | 63.65 | | 63.65 | 63.71 | | 63.71 | 63.68 | | 63.68 |
| *Sr* | 0.058 | | 0.058 | 0.022 | | 0.012 | 0.047 | | 0.038 |
| *r* | - | | 0.163 | - | | 0.032 | - | | 0.107 |
| *R* | 0.085 | | | | | | | | |

2 合成胶乳总固体含量的测定验证试验

全国橡标委合成橡胶分技术委员会秘书处组织开展了合成胶乳总固体含量测定试验，结果如下：

2.1.1　低温干燥试验

在常压70℃±2℃、105℃±5℃，减压125℃±2℃条件下分别对羧基丁苯胶乳XSBRL 45B、XSBRL 46C、高固XSBRL、丁腈胶乳NBRL、氯丁胶乳CRL进行试验，结果见表3。

表3 低温干燥试验数据

单位：%（质量百分数）

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 材料 | 常压 70℃±2℃ | | | | 常压 105℃±5℃ | | | | 减压 125℃±2℃ | | | |
| 平行样 | | 差值 | 平均值 | 平行样 | | 差值 | 平均值 | 平行样 | | 差值 | 平均值 |
| 1 | 2 | 1 | 2 | 1 | 2 |
| XSBRL45B | 49.9 | 49.8 | 0.1 | 49.8 | 49.8 | 50.0 | 0.2 | 49.9 | 49.8 | 49.7 | 0.1 | 49.8 |
| 49.9 | 49.9 | 0.0 | 49.9 | 49.8 | 49.9 | 0.1 | 49.8 | 49.8 | 49.7 | 0.1 | 49.8 |
| XSBRL46C | 48.4 | 48.4 | 0.0 | 48.4 | 48.4 | 48.3 | 0.1 | 48.4 | 48.3 | 48.3 | 0.0 | 48.3 |
| 48.4 | 48.3 | 0.1 | 48.4 | 48.3 | 48.4 | 0.1 | 48.4 | 48.4 | 48.3 | 0.1 | 48.3 |
| XSBRL(高固) | 57.0 | 56.9 | 0.2 | 57.0 | 56.8 | 56.9 | 0.1 | 56.8 | 56.8 | 56.8 | 0.0 | 56.8 |
| 56.8 | 56.9 | 0.1 | 56.8 | 56.8 | 56.8 | 0.0 | 56.8 | 56.9 | 56.8 | 0.1 | 56.8 |
| NBRL | 45.8 | 45.8 | 0.0 | 45.8 | 45.8 | 45.8 | 0.0 | 45.8 | 45.8 | 45.7 | 0.1 | 45.8 |
| 45.8 | 45.8 | 0.0 | 45.8 | 45.8 | 45.9 | 0.1 | 45.8 | 45.8 | 45.8 | 0.0 | 45.8 |
| CRL | 51.5 | 51.4 | 0.1 | 51.4 | 51.5 | 51.4 | 0.1 | 51.4 | 51.4 | 51.3 | 0.1 | 51.4 |
| 51.4 | 51.5 | 0.1 | 51.4 | 51.4 | 51.5 | 0.1 | 51.4 | 51.3 | 51.3 | 0.0 | 51.3 |

表3试验数据表明，每个试样平行测定的两个结果之差均不大于0.2% （SO124：2014规定平行测定允许差不大于0.2%）；同一试样减压条件下的测定结果较常压条件下的测定结果稍微偏低, 减压条件下每个试样平行测定的两个结果之差均不大于0.1%。

2.1.2　高温干燥试验

在不同实验室，不同操作人员按新增加的高温干燥测试方法对NBRL、SBRL、CRL样品进行试验，试验结果见表4。

表4 高温干燥试验数据

单位：%

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 条件 | 材料 | 实验室 | 平行样 | | 平行差  （小数后保留2位） | 平行差  （小数后保留1位） |
| ① | ② |
| 160℃  20min | NBRL | A | 45.16 | 45.20 | 0.04 | 0.0 |
| 45.18 | 45.17 | 0.01 | 0.0 |
| B | 45.19 | 45.18 | 0.01 | 0.0 |
| 45.21 | 45.24 | 0.03 | 0.0 |
| 160℃  30min | NBRL | A | 45.16 | 45.17 | 0.01 | 0.0 |
| 45.24 | 45.18 | 0.06 | 0.1 |
| B | 45.16 | 45.27 | 0.11 | 0.1 |
| 45.2 | 45.19 | 0.01 | 0.0 |
| 130℃  40min | NBRL | A | 45.25 | 45.17 | 0.08 | 0.1 |
| 45.06 | 45.05 | 0.01 | 0.0 |
| B | 45.2 | 45.19 | 0.01 | 0.0 |
| 45.24 | 45.20 | 0.04 | 0.0 |
| 130℃  50min | NBRL | A | 45.21 | 45.20 | 0.01 | 0.0 |
| 45.2 | 45.19 | 0.01 | 0.0 |
| B | 45.08 | 45.08 | 0.00 | 0.0 |
| 45.12 | 45.13 | 0.01 | 0.0 |
| 160℃  20min | SBRL | A | 50.05 | 50.04 | 0.01 | 0.0 |
| 50.06 | 50.06 | 0.00 | 0.0 |
| B | 50.01 | 49.99 | 0.02 | 0.0 |
| 50.06 | 50.07 | 0.01 | 0.0 |
| 160℃30min | SBRL | A | 50.03 | 50.01 | 0.02 | 0.0 |
| 50.11 | 50.08 | 0.03 | 0.0 |
| B | 50.01 | 49.99 | 0.02 | 0.0 |
| 49.86 | 50.07 | 0.21 | 0.2 |
| 130℃  40mi | SBRL | A | 50.08 | 50.00 | 0.08 | 0.1 |
| 50.06 | 50.03 | 0.03 | 0.0 |
| B | 50.25 | 50.02 | 0.23 | 0.2 |
| 50.23 | 50.25 | 0.02 | 0.0 |
| 130℃  50min | SBRL | A | 50.12 | 50.10 | 0.02 | 0.0 |
| 50.07 | 50.00 | 0.07 | 0.1 |
| B | 50.23 | 50.20 | 0.03 | 0.0 |
| 50.28 | 50.24 | 0.04 | 0.0 |
| 130℃  40min | CRL | A | 47.57 | 47.67 | 0.10 | 0.1 |
| 47.58 | 47.54 | 0.04 | 0.0 |
| B | 47.56 | 47.60 | 0.04 | 0.0 |
| 47.61 | 47.83 | 0.22 | 0.2 |
| 130℃  50min | CRL | A | 47.57 | 47.62 | 0.05 | 0.1 |
| 47.63 | 47.67 | 0.04 | 0.0 |
| B | 47.71 | 47.72 | 0.01 | 0.0 |
| 47.75 | 47.76 | 0.01 | 0.0 |

表4试验数据表明，48次的平行测定结果之差有3次大于0.2%（ISO124：2014规定平行测定允许差不大于0.2%），即0.21、0.23、0.22，但当数据修约到小数后一位小数时，平行测定结果之差均不大于0.2%。

2.2　精密度

2.2.1　常压105℃干燥试验的精密度

全国橡标委合成橡胶分技术委员会秘书处，组织5家合成胶乳生产单位的6位操作人员在兰州石油化工研究院按照常压105℃干燥的试验方法，对3种胶乳重复5次试验，开展了室内合成胶乳的精密度试验，精密度结果见表5。

表5 室内精密度结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 条件 | 材料 | 均值水平 | 实验室内 | | |
| *S*r | *r* | *（r）* |
| 105℃，2h | XSBRL | 36.85 | 0.06 | 0.17 | 0.46 |
| 105℃，2h | CRL | 51.43 | 0.07 | 0.20 | 0.39 |
| 105℃，2h | XSBRL | 56.92 | 0.07 | 0.20 | 0.35 |
| *S*r实验室内标准差（用单位表示）  *r*　重复性（用单位表示）  (*r*)　重复性（用平均值的百分数表示） | | | | | |

2.2.2　验证常压105℃干燥试验的精密度

对材料XSBRL45B、XSBRL、46C XSBRL(高固)、NBRL和CRL，在常压 105℃±5℃下进行重复试验，试验数据见表6。

表6 重复试验结果

单位：%（质量百分数）

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 材料 | 常压 105℃±5℃ | |
| 试验数据 | 重复差 |
| XSBRL45B | 49.9 | 0.1 |
| 49.8 |
| XSBRL46C | 48.4 | 0.1 |
| 48.4 |
| XSBRL(高固) | 56.8 | 0.1 |
| 56.8 |
| NBRL | 45.8 | 0.1 |
| 45.8 |
| CRL | 51.4 | 0.1 |
| 51.4 |

　　由表6看出，测试结果的重复差均小于0.2%。

2.2.3　高温130℃和160℃干燥试样的精密度

为验证高温130℃和160℃干燥试样的精密度，使用同样的样品，同一操作人员，使用相同的设备开展了重复性试验。不同操作人员，使用不同的设备开展了方法的再现性试验。重复性验证数据见表4、再现性验证数据见表7。

试验样品：羧基丁苯胶乳(SBRL)、氯丁胶乳(CRL)。

2.2.3.1　高温130℃和160℃干燥试样的重复性验证

表7　高温试验的重复数据

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 材料 | 条件 | 试验室 | 重复数据 | 重复差 | 标准r |
| SBRL | 160℃，20min | A | 50.05 | 0.01 | 0.46 |
| 50.06 |
| B | 50.00 | 0.07 | 0.46 |
| 50.07 |
| 160℃，30min | A | 50.02 | 0.08 | 0.04 |
| 50.10 |
| B | 50.00 | 0.03 | 0.04 |
| 49.97 |
| 130℃，40min | A | 50.04 | 0.01 | 0.21 |
| 50.05 |
| B | 50.14 | 0.10 | 0.21 |
| 50.24 |
| 130℃，50min | A | 50.11 | 0.07 | 0.10 |
| 50.04 |
| B | 50.22 | 0.04 | 0.10 |
| 50.26 |
| CRL | 130℃，40min | A | 47.62 | 0.06 | 0.12 |
| 47.56 |
| B | 47.58 | 0.16 | 0.12 |
| 47.72 |
| 130℃，50min | A | 47.60 | 0.05 | 0.09 |
| 47.65 |
| B | 47.72 | 0.04 | 0.09 |
| 47.76 |

从表7的试验结果看出，室内试验结果的重复差值均小于ISO124:2014给出的精密度估算值r。

2.2.3.2　高温130℃和160℃干燥试样的再现性验证

表8　高温试验的再现性数据

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 材料 | 条件 | 试验室 | 试验数据 | 均值 | 再现差 | 标准R |
|  | 130℃，50min | A | 45.20 | 45.15 | 0.10 | ＿ |
| B | 45.10 |
| SBRL | 160℃，20min | A | 50.06 | 50.05 | 0.04 | 0.46 |
| B | 50.04 |
| 160℃，30min | A | 50.06 | 50.02 | 0.08 | 0.16 |
| B | 49.98 |
| 130℃，40min | A | 49.99 | 50.09 | 0.20 | 0.25 |
| B | 50.19 |
| 130℃，50min | A | 50.08 | 50.16 | 0.16 | 0.18 |
| B | 50.24 |
| CRL | 130℃，40min | A | 47.59 | 47.62 | 0.06 | 0.25 |
| B | 47.65 |
| 130℃，50min | A | 47.62 | 47.68 | 0.12 | 0.18 |
| B | 47.74 |

从表8试验结果看出，室间试验结果的重复差值均小于ISO124:2014给出的精密度估算值R。

2.3 结论（合成胶乳总固体含量测定）

2.3.1 本标准对合成胶乳规定的4种试验方法，可操作性强，平行测定结果之差均不大于0.2%。

2.3.2　精密度验证试验表明，常压70℃±2℃、105℃±5℃，减压125℃±2℃条件下干燥胶胶乳试样，重复测定结果之差均不大于0.2%；在高温（130℃、160℃）下干燥SBRL、CRL，室内和室间重复测定结果之差均小于ISO124:2014给出的精密度估算值。

2.3.3同一试样减压条件下试验结果较常压条件下试验结果稍微偏低。