|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 83.040.10 |
| CCS | B 72 |

中华人民共和国国家标准

GB/T 3517—202X

代替 GB/T 3517—2014

/

天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定

Rubber, raw natural—Determination of plasticity retention index (PRI)

(ISO 2930:2017, MOD)

（本草案完成时间：2021.09.13）

202X-XX-XX发布

202X-XX-XX实施

`

目次

[前言 II](#_Toc73695729)

[1 范围 1](#_Toc73695731)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc73695732)

[3 术语和定义 1](#_Toc73695733)

[4 原理 1](#_Toc73695734)

[5 仪器 1](#_Toc73695735)

[6 操作程序 2](#_Toc73695736)

[7 结果表示 3](#_Toc73695737)

[8 精密度 3](#_Toc73695738)

[9 试验报告 3](#_Toc73695739)

[附录A（资料性） PRI测定老化箱的换气 4](#_Toc73695740)

[附录B（资料性）关于塑性保持率精密度的说明 5](#_Toc73695741)

[参考文献 7](#_Toc73695742)

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 3517—2014《天然生胶　塑性保持率（PRI）的测定》，与GB/T 3517—2014相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——更改了适用范围（见第1章，2014年版的第1章）；

——更改了规范性引用文件，具体如下：

* 1. 更改了GB/T15340为ISO 1795；
  2. 更改了GB/T3510为不注日期的引用文件（见第2章，2014年版的第2章）；

——增加了“术语和定义”一章（见第3章）；

——更改了老化箱的要求（见5.5，2014年版的4.5）；

——更改了轻质铝碟和托盘的规定（见5.6，2014年版的4.6）；

——增加了烟纸的要求（见5.7，2014年版的4.7）；

——删除了关于对托盘和铝碟进行预热的规定（2014年版的5.2）；

——更改了试样的制备部分文字描述，更改了试样的厚度范围（见6.1，2014年版的5.1）

——更改了老化后试验的测定时间的规定（见6.3，2014年版的5.3）；

——更改了试验报告（见第9章，2014年版的第8章）；

——增加了资料性附录A“PRI测定老化箱的换气”（见附录A）；

——更改了附录B 的精密度数值（见附录B表B.1，2014年版的附录A表A.1）。

本文件采用重新起草法修改采用ISO 2930: 2017《天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定》。

本文件与ISO 2930：2017相比存在技术性差异，技术性差异及其原因如下：

——关于规范性引用文件，本标准做了具有技术差异的调整，以适应我国的技术条件。调整的情况集中反映在第2章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

* 1. 用修改采用国际标准的GB/T 6038代替了ISO 2393；
  2. 用等同采用国际标准的GB/T 3510代替了ISO 2007；
  3. 用等同采用国际标准的GB/T 2941代替了ISO 23529；

——将ISO/TR 9272改为GB/T 14838（见附录B.1），因为ISO/TR 9272无现行有效版本。

本文件做了下列编辑性改动：

——修改了公式的符号为国内惯用的符号。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由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。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件于1983年首次发布，1992年第一次修订，2002年第二次修订，2014年第三次修订,本次为第四次修订。

天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适应的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

* 1. 范围

本文件描述了测定天然生胶塑性保持率（*PRI*）的方法。

PRI是天然生胶耐热氧老化的量度，数值越高表明耐热氧老化性能越好。PRI不是一个绝对值，对于不同的天然橡胶热氧老化后的塑性值无法给出绝对的分级。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

ISO 1795 天然生胶和合成生胶取样及制样方法

GB/T 3510 未硫化胶塑性的测定快速塑性计法（GB/T 3510-2006，ISO2007:1997，IDT）

GB/T 6038 橡胶试验胶料配料、混炼和硫化设备及操作程序（GB/T 6038-2006，ISO2393:1994，MOD）

GB/T 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序（GB/T 2941-2006，ISO23529:2004,IDT）

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

塑性值 plasticity number

在规定的压力、时间和温度条件下，以试样发生形变后的高度作为塑性的量度。

塑性保持率 plasticity retention index

试样在140 ℃的热空气中老化30 min后的塑性值与老化前的塑性值（3.1）之比。

* 1. 原理

使用带有一个直径为10 mm 压头的平行板式塑性计，按GB/T 3510规定的操作程序，测定未老化试样和在140 ℃老化箱内加热老化30 min后试样的快速塑性值。

PRI是试样加热老化后快速塑性值与加热老化前快速塑性值之比乘以100。

* 1. 仪器
     1. 平行板式塑性计，符合GB/T 3510的规定，带有一个直径10 mm的压头。
     2. 裁片机，符合GB/T 3510的规定，能够将用于试验的样品压至约3 mm的厚度，并冲切出直径约13 mm的圆片，以制备试样。
     3. 厚度计，具有分度单位为0.01 mm的刻度盘，装有直径约10 mm的平面触头，操作压力为20 KPa±3 KPa。
     4. 实验室开放式炼胶机，符合GB/T 6038的规定，但须具备如下特征：

——滚筒直径： 150 mm～250 mm

——后（快）滚筒线速度： 14.6 m/min±0.5 m/min

——滚筒速比： 1：1.4

——温度： 27 ℃±3 ℃

——挡板间的滚筒长度： 265 mm±15 mm

* + 1. 老化箱，在140 ℃下满足以下要求：

——30 min的时间段内试样附近的温度应能控制在±0.5 ℃以内。

——托盘和碟放入老化箱后，老化箱及托盘和碟的温度应能在5min内回升到设定温度的1 ℃之内。

——每小时应能换气10 次，或者老化箱的空气挡板可以设置成半开放。

1. 附录A是增加的有关老化箱换气的次数。
   * 1. 轻质铝碟和托盘，具低热容量。

铝碟和托盘的尺寸应适合老化箱的尺寸。

* + 1. 薄纸，符合GB/T 3510的规定，或22 g/m2~26 g/m2的烟纸，裁成大小相等的两片（约30 mm×45 mm）。
  1. 操作程序
     1. 试样的制备

按ISO 1795的规定对生胶进行匀化。从匀化的胶片中取20 g±2 g试料，并在27 ℃±3 ℃下通过炼胶机（5.4）辊筒2 次（过辊时将胶片对折）。然后，立即将质地均匀没有孔洞的胶片对折，用手轻轻地将两部分紧紧地压在一起，避免形成气泡。过辊时，应适当调节辊距，使对折后胶片的最终厚度约为3.4  mm±0.2 mm。

为了使陈年橡胶得到平滑的胶片，有必要过辊3次。如果是这种情况，应在试验报告里写明。

按GB/T 3510的规定，用裁片机（5.2）从对折的胶片上切取试样，用厚度计（5.3）测量其厚度，取6 个厚度为3.4 mm±0.2 mm的试样。随机等分为2组，一组用于测定老化前的塑性值，另一组用于老化后试验，测定老化后的塑性值。

由于试样的厚度对PRI有影响，因此，应小心按上述规定制备试样。所要求的辊距应根据预先试验进行确定。不同的橡胶和炼胶机，所要求的辊距可能不同。如果不能得到6 个符合上述规定厚度的试样，应重新制备一块对折的胶片。

* + 1. 老化

老化开始之前，检查老化箱（5.5）的温度，确保温度至少稳定5 min。

为保证所有的试样在准确的温度中老化，老化箱不应超载，因为超载会引起老化箱温度明显下降，并搅乱老化箱温度的均匀性（5.5）。

将准备做老化试验的一组试样放在托盘上的铝碟中。迅速把装有试样的托盘（5.6）放入老化箱中，关闭老化箱门。当老化箱温度达到140 ℃±0.5 ℃时开始计时。应小心操作，确保把铝碟和托盘放置于老化箱中校准的温度区域。应检查老化箱是否迅速地恢复并保持其规定的温度（5.5）。

30 min±0.25 min之后，从老化箱中取出托盘，从托盘上拿下铝碟，自然冷却到标准实验室温度。

* + 1. 塑性值的测定

按GB/T 3510的规定，使用5.1规定的带10 mm压头的平行板式塑性计测定试样的快速塑性值，进行3次平行测定。先测未老化试样的快速塑性值，再测老化后试样的快速塑性值。

实验室温度应符合GB/T 2941中5.1的规定

正常情况下，应在老化后至少0.5 h以后进行塑性值的测定，但不超过2 h，前提条件是测试前应使试样冷却到室温。应采用同一类型的薄纸测定未老化试样和老化后试样的快速塑性值。快速塑性值读数应精确至0.5个单位（1个单位相当于10 μm）。

* 1. 结果表示

取3个未老化试样和3个老化后试样的快速塑性值的中值，按式（1）计算塑性保持率（PRI）：

(1)

式中：

*P*30——试样老化后的快速塑性值；

*P*0——未老化试样的快速塑性值。

将结果修约至整数。

* 1. 精密度

见附录B。

* 1. 试验报告

试验报告应包括如下内容：

1. 本文件编号，即GB/T 3517；
2. 标识样品所需要的全部细节；
3. 每个样品未老化试样和老化后试样的快速塑性值的中值；
4. 每个样品的PRI；
5. 试验日期；
6. 不包括在本文件或规范性引用文件中的任何操作，以及被认为是可选择的任何操作。
8. （资料性）  
   PRI测定老化箱的换气
   1. 背景

老化箱的换气是PRI测定中需要控制的条件之一。热空气最佳地流动能确保热量良好分布，并保证样品老化均匀。2016年，采用ISO 2930中所述的程序开展了一项研究，确定了现有的针对空气流动要求的备选方案。本研究的主要目的是为使用者在控制老化箱换气操作时，提供一个实用的选项。

本研究采用了四种具有不同塑性保持率的材料。试验结果取两天内10次重复测定结果的平均值。每次重复测定，都取3个未老化试样和3个老化后试样结果的中值。

作为每小时换气10次的备选方案，共研究了三个条件。老化箱空气挡板的开口位置如下：

1. 全关闭；
2. 全开放；
3. 半开放。

然后将上述每种条件下获得的结果与10次换气得到的结果进行比较。采用t检验对所得结果进行分析，以确定这些条件与它们的平均PRI值之间是否存在显著差异。

* 1. 结果
     1. 总则

表A.1给出了针对四种试验材料中的每一种材料，在每一种挡板条件下，基于α=0.05的显著性水平对每小时换气10次的结果进行分析的p值以及每一种烘箱换气条件下的PRI的平均值。

老化箱空气挡板为半开放状态下的结果与每小时10次换气的结果相当。这两种条件下的结果与PRI平均值之间无显著差异。

A.2.2和A.2.3给出了使用*p*值和α水平的一般性描述。

* 1. 老化箱换气条件控制中PRI平均值与*p*值

| 材料 | 老化箱换气要求 | | | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 每小时换气10次 | 老化箱空气挡板状态 | | | | | |
| 全关闭 | | 全开放 | | 半开放 | |
| PRI平均值 | PRI平均值 | *p*值 | PRI平均值 | *p*值 | PRI平均值 | *p*值 |
| C | 61 | 53 | 0.0133 | 55 | 1.98×10-5 | 61 | 0.1310 |
| D | 68 | 62 | 0.0125 | 64 | 9.67×10-8 | 69 | 0.6648 |
| E | 61 | 55 | 0.0318 | 57 | 1.04×10-5 | 62 | 0.3276 |
| F | 70 | 63 | 0.0267 | 65 | 4.04×10-4 | 68 | 0.3828 |

* + 1. *p*值

*p*值是当零假设成立时的概率。如果*p*值小于（或等于）*α*，则否定零假设而支持备择假设。然而，当*p*值大于*α*，则不应拒绝原假设。

零假设是指特定群体之间没有显著差异的假设。

备择假设是假设检验中与零假设对立的假设。

* + 1. 水平

*α*水平是当零假设成立时拒绝原假设的可能性。*α*水平在假设检验中也称为显著性水平。

1. （资料性）  
   关于塑性保持率精密度的说明
   1. 背景

按照GB/T 14838规定的操作程序和指引，进行了一项实验室间试验计划（ITP），以确定本文件规定的测定方法的精密度。

本次ITP计划采用了两种具有不同塑性保持率的材料。

12间实验室参与了本次ITP计划，并确定了Ⅰ型精密度。分两天进行试验，取每一天5个重复测定的平均值计算精密度，（每个测试日计算一个精密度）。对于每次重复测定，取3个未老化试样和3个老化试样试验结果的中值。

本次ITP计划所得到的精密度结果不应作为评判任何一组材料或产品接受或拒收的依据，除非有特别说明本次ITP计划得到的结果确实适用于这些材料。

* 1. 精密度结果
     1. 总则

表B.1 为两种材料的精密度结果。B.2.2 和B.2.3 给出了使用这些精密度结果的一般性描述，包括绝对精密度*r* 和 *R*，以及相对精密度 (*r*) 和 (*R*)。

* 1. 塑性保持率（PRI）的精密度

| 材料 | PRI平均值 | 实验室内 | | | 实验室间 | | | 实验室数量 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Sr | r | （r） | SR | R | （R） |
| 材料A | 76 | 0.78 | 2.22 | 2.91 | 1.99 | 5.64 | 7.39 | 12 |
| 材料B | 81 | 0.79 | 2.23 | 2.76 | 1.77 | 5.01 | 6.21 | 12 |
| Sr 实验室内标准差（以测量单位表示）；  r 重复性（以测量单位表示）；  （r） 重复性（以平均值的百分数表示）；  SR 实验室间标准差（以测量单位表示）；  R 再现性（以测量单位表示）；  （R） 再现性（以平均值的百分数表示）。 | | | | | | | | |

* + 1. 重复性

表B.1给出了每一种材料的重复性（局部试验区域精密度）。在正确使用本文件的条件下，同一实验室所获得的两个独立的试验结果（平均值）之差大于r值（以测量单位表示）和（r）（以百分数表示）应被视为可疑，即来自不同的样品群。建议进行适当的研究分析。

* + 1. 再现性

表B.1 中给出了每一种材料的再现性（全局试验区域精密度）。在正确使用本文件条件下，不同实验室所获得的两个独立的试验结果（平均值）之差大于R值（以测量单位表示）和（R）（以百分数表示）应被视为可疑，即来自不同的样品群。建议进行适当的研究分析。

* + 1. 偏倚

偏倚是指试验结果平均值与受测性能的参照值（即真值）之差。本试验方法不存在参照值，所以不能确定本试验方法的偏倚。

参考文献

[1]GB/T 14838 橡胶与橡胶制品试验方法标准精密度的确定

