|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 83.040.10 |
| CCS | G 40 |

中华人民共和国国家标准

GB/T 8291—XXXX

代替 GB/T 8291-2008



胶乳 凝块含量（筛余物）的测定

Rubber latex —— Determination of coagulum content (sieve residue)

(ISO 706:2004，MOD)

（本草案完成时间：2022年6月30日）

XXXX-XX-XX发布

XXXX-XX-XX实施

`

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 8291―2008《浓缩天然胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》，与GB/T 8291―2008相比, 除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 更改文件名称为《胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》；
2. 更改了范围，增加了适用于合成胶乳（见第1章， 2008年版的第1章）；
3. 增加了45 µm±5 µm的试验筛（见3.2、6.2）；
4. 增加了用于合成胶乳的非离子表面活性剂（见5.2）；
5. 增加了合成胶乳测定凝块含量（筛余物）的试验步骤（见8.4）；
6. 更改了计算公式（见第9章， 2008年版的第9章）；
7. 增加了精密度（见第10章、附录A）。

本文件采用修改采用ISO 706:2004《胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》。

本文件与ISO 706:2004的技术性差异及其原因如下：

1. 修改了范围，删除了不适用于涂布纸用XSBR（见第1章），以满足国内造纸用户的需求；
2. 关关规范性引用文件，本文件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 6003.1代替了ISO 3310-1；
   2. 用等同采用国际标准的GB/T 8290代替了ISO 123；
   3. 将ISO 4576改为参考文献（见参考文献，ISO 706:2004的第2章）；
   4. 将ISO/TR 9272更改为ISO 19983，并改为参考文献（见参考文献，ISO 706:2004的第2章），因为ISO/TR 9272无现行有效版本；
3. 增加了45 µm±5 µm的试验筛（见3.2、6.2），以满足涂布纸用胶乳的测定；
4. 更改了精密度数据并将其放在附录A（见第10章、附录A，ISO 706:2004的第10章），以符合GB/T 1.1—2020的要求。

本文件做了下列编辑性改动：

1. 修改了计算公式（见第9章，ISO 706:2004的第9章），以符合GB/T 1.1—2020的要求；
2. 删除了附录A（资料性）“ISO 706的应用” （ISO 706:2004的附录A）；
3. 增加了附录A（资料性）“精密度”（见附录A）。

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。

本文件由全国橡胶和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：。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

1. 1987年首次发布为GB/T 8291－1987，2008年第一次修订,本次为第二次修订。

胶乳 凝块含量（筛余物）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当的安全和健康保护措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

* 1. 范围

本文件描述了一种浓缩天然胶乳和合成胶乳凝块含量（筛余物）的测定方法。

本文件适用于浓缩天然胶乳和合成胶乳，不适用于以浓缩天然胶乳和合成胶乳为原料的配合胶乳和硫化胶乳凝块含量（筛余物）的测定。

* 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。

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1-2012，ISO 310-1:2000，MOD)

GB/T 8290 胶乳 取样（GB/T 8290—2021，ISO 123:2001，MOD）

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

实验室样品 laboratory sample

代表该批胶乳并用于实验室检验和试验的一定量的胶乳。

凝块含量 coagulum content

筛余物 sieve residue

在试验条件下留在公称孔径为180 μm±10 μm或45 µm±5 µm的不锈钢丝过滤筛（符合GB/T 6003.1）上的物质，这些物质由外来杂质和絮凝的橡胶组成。

1. 在对胶乳装运、交货等进行检验的语境中，凝块含量通常理解为“凝块”。实验室样品不包括胶乳表面结皮皮和粗的已凝固橡胶，这些物质在开始检验之前已通过最初的过滤除去。
   1. 原理

经过粗滤器过滤的实验室样品与表面活性剂混合，再经过规定网孔的过滤筛过滤，洗去筛上未凝固的胶乳，通过干燥筛余物测定凝块含量。

* 1. 试剂

仅使用确认的分析纯试剂以及蒸馏水或纯度与之相当的水。

* + 1. 阴离子表面活性剂

每升溶液中含油酸钾或月桂酸铵50 g（用于浓缩天然胶乳）。

* + 1. 非离子表面活性剂

每升溶液中含水溶性乙氧基化烷基酚50 g，pH值为7.0±0.5（用于合成胶乳）。

* + 1. pH试纸
  1. 仪器

实验室常规仪器以及下列仪器。

* + 1. 粗过滤筛

用不锈钢丝或不受胶乳浸蚀的合成纤维布制成,公称孔径为710 μm±25 μm。

* + 1. 试验筛

不锈钢丝（优选材料）制成的圆盘，公称孔径为180 μm±10 μm或45 µm±5 μm，符合GB/T 6003.1的规定。也可使用合成纤维布制试验筛。

如果过滤筛需要清洁(如重复使用), 将其浸入冷的5 %（体积分数）的硝酸溶液中煮沸 30 min，用水冲洗并干燥至恒重。

警示——合成纤维制成的过滤筛不得使用硝酸清洁。

* + 1. 不锈钢环

2个，内径相等，并在 25 mm～50 mm之间。

* + 1. 烧杯

容量为 600 mL。

* + 1. 烘箱

能控温在100 ℃±5 ℃（其它情况参见8.6中的注）。

* + 1. 干燥器
    2. 天平

一台能精确至1 mg 或更精确, 另一台能精确至1 g。

* 1. 取样

按GB/T 8290规定取样并制备实验室样品。实验室样品应不包括任何干的胶乳结皮和粗的凝块。

* 1. 试验步骤
     1. 按下列步骤进行双份平行测定。
     2. 充分搅拌实验室样品以保证其均匀。
     3. 使用710 μm的粗过滤筛（6.1）将适量的匀化实验室样品过滤至干净的烧杯(6.4)中,盖住烧杯口确保胶乳表面不结皮。
     4. 在100 ℃±5 ℃烘箱(6.5)内干燥试验筛 (6.2)至恒重（参见8.6注）并记录其质量（*m*1）,精确至1 mg。用两个不锈钢环(6.3)固定试验筛。浓缩天然胶乳应使用180 μm±10 μm的试验筛（6.2），合成胶乳使用180 μm±10 μm或45 µm±3 μm的试验筛（6.2）。

用烧杯(6.4)称取按8.3制备的匀化实验室样品约200 g±1 g(*m*0)，精确至1 g。在浓缩天然胶乳中加入200 mL阴离子表面活性剂（5.1)溶液，在合成胶乳中加入200 mL非离子表面活性剂(5.2）溶液，边加入边搅拌至充分混合。

用表面活性剂溶液(5.1或5.2)湿润已固定好的试验筛(6.2), 然后再将表面活性剂和胶乳混合液倒入试验筛(6.2)，立刻用同样的表面活性剂溶液冲洗试验筛上的筛余物,直到清洗液不含胶乳为止。

对于天然胶乳，继续用水清洗筛余物，直至清洗液用pH试纸(5.3)检验呈中性。

对于合成胶乳，继续用200 mL的谁清洗筛余物。

* + 1. 小心松开不锈钢环，取出带有湿凝块的试验筛，用滤纸吸干试验筛的底部。
    2. 将试验筛和凝块在100 ℃±5 ℃（参见注）的烘箱中干燥30  min，取出放入干燥器(6.6)内冷却至室温，称量，精确至1 mg。将试验筛和凝块放回100 ℃±5 ℃（参见注）的烘箱中继续干燥15  min, 再如前所述移至干燥器冷却、称重；重复15 min干燥周期的操作, 直至连续称重之间的质量损失小于1 mg。记录干燥的试验筛和凝块的总质量(*m*2)。

1. 如认为合适，可使用其他干燥温度（参见ISO 4576）。
   1. 结果表示

按式（1）计算凝块含量（*C*），以胶乳计的质量分数（%）表示：

…………………………………………（1）

式中：

*m*0— 试样的质量，单位为克（g）；

*m*1— 试验筛的质量，单位为克（g）；

*m*2— 试验筛加干凝块的总质量，单位为克（g）。

试验结果以双份平行测定结果的平均值表示。如果单个测定结果与平均值之差大于0.001个单位，则应重新进行试验。

* 1. 精密度

参见附录A。

* 1. 试验报告

试验报告应包括下列各项内容:

1. 本文件的编号；
2. 识别样品所需的全部细节；
3. 双份平行测定结果的平均值；
4. 试验期间注意到的任何异常情况；
5. 不包括在本文件或引用文件中的任何操作，以及其它任何被视为可选的操作。
6. 试验日期。
8. （资料性）  
   精密度
   1. 总则

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于2022年按ISO 19983:2017的6.7.1中方法A组织了实验室间试验方案（ITP），评估了1型精密度。

有3家国内实验室参与了ITP的试验工作。ITP采用2种浓缩天然胶乳（样品A、样品B）和2种合成胶乳[羧基丁苯胶乳（XSBR胶乳）、丁腈胶乳（NBR胶乳）]。这些实验室在两天一组试验的每天进行了四次重复测定。每一试验天相隔一周。

* 1. 精密度结果

表A.1列出了精密度结果。采用ISO 19983所述的离群值剔除程序获得这些结果。

1. 重复性：在正常和正确地操作本试验方法下，用标称相同材料的样品得到的两次试验平均值之差，平均每20 次不多于1 次超过表列的日内重复性。
2. 日间重复性：在正常和正确地操作本试验方法下，用标称相同材料的样品得到的两次试验平均值之差，平均每20次不多于1次超过表列的日间重复性。
3. 再现性：在正常和正确地操作本试验方法下，用标称相同材料的样品在两个实验室得到的两次独立测定的试验平均值之差，平均每20次不多于1次超过表列的再现性。
   1. 胶乳中凝块含量（筛余物）精密度数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 材料 | 平均值 | 在实验室内， 日内 | | | 在实验室内， 日间的 | | | 实验室间 | | | 实验室数量 |
| *s*r | *r* | (*r*) | *s*rD | *r*D | (*r*D) | *s*R | *R* | (*R*) |
| 浓缩天然胶乳A | 0.0039 | 0.0012 | 0.0035 | 89.74 | 0.0013 | 0.0036 | 92.31 | 0.0014 | 0.0039 | 100.00 | 3 |
| 浓缩天然胶乳B | 0.0022 | 0.0006 | 0.0017 | 77.27 | 0.0008 | 0.0022 | 100.00 | 0.0010 | 0.0027 | 122.73 | 3 |
| 羧基丁苯胶乳 | 0.0019 | 0.0004 | 0.0012 | 63.16 | 0.0005 | 0.0013 | 68.42 | 0.0009 | 0.0026 | 136.84 | 3 |
| 丁腈胶乳 | 0.0014 | 0.0005 | 0.0015 | 107.14 | 0.0005 | 0.0014 | 100.00 | 0.0012 | 0.0034 | 242.86 | 3 |
| *s*r——实验室内标准差；  *r* ——重复性（以测定单位表示）；  （*r*）——相对重复性；  srD——日间重复性标准差；  rD——日间重复性；  (rD)——相对日间重复性；  *s*R——实验室间标准差；  *R*——再现性（以测定单位表示）；  （*R*）——相对再现性。 | | | | | | | | | | | |

参考文献

[1] ISO 4576 Plastics — Polymer dispersions — Determination of sieve residue (gross particle and coagulum content)

[2] ISO 19983:2017 Rubber — Determination of precision of test methods

