**GB/T 8297-20XX《浓缩天然胶乳 氢氧化钾(KOH)值的测定》**

**（征求意见稿）编制说明**

1 简况

1.1 任务来源

根据国标委发[2021]28号文件“国家标准化管理委员会关于下达2021年第三批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知”，国家标准修订项目《浓缩天然胶乳 氢氧化钾(KOH)值的测定》（项目编号20214031-T-606），对GB/T 8297-2017《浓缩天然胶乳 氢氧化钾(KOH)值的测定》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（全国橡标委天然橡胶分会）归口，中国热带农业科学院农产品加工研究所负责起草。

1.2 本标准修订的意义

天然胶乳具有优异的成膜性、湿凝胶强度、生物相容性等综合性能，是制造各种乳胶制品最理想的高分子材料。我国是浓缩天然胶乳消费大国，年消耗浓缩天然胶乳70多万吨，除20多万吨国产胶乳外，进口浓缩天然胶乳50多万吨。我国天然橡胶初加工模式由过去的分散加工改为集中加工，新鲜胶乳的运输距离和贮存时间显著延长，使浓缩天然胶乳的质量问题突出，机械稳定性、化学稳定性、挥发性脂肪酸值等技术指标都存在较大的波动性，直接影响下游乳胶制品生产工艺控制。因此，完善浓缩天然胶乳质量检测标准，对于加强浓缩天然胶乳质量管理至关重要。

氢氧化钾值在一定程度上代表了浓缩天然胶乳的化学稳定性，对浓缩天然胶乳的长期贮存稳定性以及下游乳胶制品生产工艺控制具有指导意义，是评价浓缩天然胶乳质量的重要技术指标之一。为此，国际标准化组织“橡胶与橡胶制品标准化技术委员会”（ISO/TC45）于1972年首次发布了ISO 127：1972《浓缩天然胶乳 氢氧化钾(KOH)值的测定》。随后，分别于1984年、1995年、2006年和2012年对其进行了4次修订。这充分说明了ISO/TC45对浓缩天然胶乳氢氧化钾值测定的重视程度。我国于1987年首次采用ISO 127：1984《天然胶乳 氢氧化钾(KOH)值的测定》制订了GB/T 8297-1987《天然浓缩胶乳 氢氧化钾(KOH)值的测定》。2001年、2008年和2017年分别等同采用ISO 127：1995、ISO 127 AMD 1：2006和ISO 127：2012对GB/T 8297《浓缩天然胶乳 氢氧化钾(KOH)值的测定》进行了修订。

氢氧化钾值是GB/T 8289《浓缩天然胶乳 氨保存离心或膏化胶乳 规格》的技术指标之一，在天然橡胶标准体系中具有不可或缺的作用。鉴于ISO/TC45于2018年再次对此标准进行了修订，有必要及时对GB/T 8297《浓缩天然胶乳 氢氧化钾(KOH)值的测定》进行修订，以便使GB/T 8297与ISO 127 保持一致。上一版本对GB/T 8297的修订是修改采用ISO 127相应版本，这不仅使国标GB/T 8297的技术内容与国际标准一致的同时，更加切合我国的实际情况，避免了标准在使用过程中产生的歧义。有鉴于此，GB/T 8297修订工作组经过反复调研和讨论，确定本次对GB/T 8297-2017《浓缩天然胶乳 氢氧化钾(KOH)值的测定》进行修订依然修改采用国际标准ISO 127：2018。

ISO 127：2018与前一版本相比，主要增加了稀释胶乳用水的计算方法。这次修订使浓缩天然胶乳氢氧化钾值的测定标准更加规范、可靠，有利于天然胶乳初加工企业控制胶乳质量，保持浓缩天然胶乳的品质一致，更为胶乳制品企业提供了更可靠的工艺数据。

1.3 主要工作过程

2022年1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。

2022年2月-4月，为了做好采用国际标准ISO 127：2018修订国家标准GB/T 8297-2017的工作，向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委员单位和相关单位，开展了GB/T 8297-2017的使用情况的调查。

2022年5月，标准修订小组根据调研情况制定了工作方案。尽管ISO 127：2018和前一版本相比，没有对技术内容进行较大幅度的修订，主要是增加了稀释胶乳用水的计算方法，但是，考虑到国内很多企业对本标准的具体操作缺乏足够了解，本次修订邀请一些天然橡胶初加工企业和检测机构进行了浓缩天然胶乳氢氧化钾值测定结果精密度对比试验。共有5家机构参与了本标准精密度验证试验。

在上述工作的基础上，经过综合分析，确定了本文件修订后的征求意见稿。

2国家标准编制原则和确定国家标准主要内容的论据

2.1 标准编写原则

2.1.1 本文件按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》和GB/T20000.2-2009《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标准的要求。

2.1.2 根据天然橡胶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，修订本文件的技术内容。

2.1.3 在标准的名称、技术要求结构和内容、用语等方面与天然橡胶系列标准及相关标准保持一致。

* 1. 文件中主要修订技术内容的确定
     1. 关于增加稀释胶乳用水的计算

浓缩天然胶乳的总固体含量通常在60%以上，测定氢氧化钾值时需要用水稀释至约30%，但是，不同检测人员计算加水量的方法可能并不完全相同，这样会影响试验数据的精密度。为了使标准的操作更加统一，且更方便计算，我们将水、甲醛溶液和胶乳这三种液体的密度默认为1g/mL，并以明确的公式给出。

* + 1. 关于精密度的说明

因为本标准上一版本是参照ISO/TR 9272的规定而确定的，而ISO/TR 9272的最新版本ISO/TR 9272:2005已经废止，并被ISO 19983:2017代替，因此，工作组通过多次讨论，决定采用现行的ISO 19983:2017《橡胶 试验方法精密度的确定》的规定重新确定本标准的精密度。全国橡标委天然橡胶分会秘书处根据ISO 19983:2017的6.7.1中方法A的要求, 组织制定了本标准的实验室间试验方案（ITP），邀请5间实验室进行了实验室间比对试验，确定了本标准中的精密度。

2.2.3关于参考文献的说明

将ISO/TR 9272改为ISO 19983，因为ISO/TR 9272无现行有效版本，而ISO 19983是2017年发布的国际标准，提供了通过实验室间试验计划估算橡胶试验方法精密度的指南和要求，更适用于本标准。

3 主要试验（或验证）的分析、综述报告、技术经济论证及预期的经济效果

3.1主要试验（或验证）的分析和综述报告

2022年5月，根据ITP试验方案，工作小组制备了2个不同浓缩天然胶乳样品，在广州海关技术中心、海南天然橡胶产业集团金橡有限公司金联橡胶加工分公司、农业部热带作物产品加工重点实验室、海南天然橡胶质量检验站、广东省广垦橡胶集团有限公司茂名分公司五家单位开展了本次验证试验。这些实验室在两天一组试验的每天进行了三次重复测定。每一试验天相隔一周。

表1样品A的ITP结果和补充统计数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 天 | 试验结果 | | | 数据平均值 | 天平均值 | 天标准差 |
| M1 | M2 | M3 | ij· | i·· | si |
| 1 | 第一天 | 0.59 | 0.58 | 0.60 | 1.77 | 3.53 | 0.00236 |
| 第二天 | 0.59 | 0.59 | 0.58 | 1.76 |
| 2 | 第一天 | 0.56 | 0.56 | 0.57 | 1.69 | 3.41 | 0.00707 |
| 第二天 | 0.58 | 0.57 | 0.57 | 1.72 |
| 3 | 第一天 | 0.59 | 0.60 | 0.60 | 1.79 | 3.57 | 0.00236 |
| 第二天 | 0.60 | 0.59 | 0.59 | 1.78 |
| 4 | 第一天 | 0.58 | 0.58 | 0.59 | 1.75 | 3.50 | 0 |
| 第二天 | 0.58 | 0.59 | 0.58 | 1.75 |
| 5 | 第一天 | 0.61 | 0.61 | 0.60 | 1.82 | 3.66 | 0.00471 |
| 第二天 | 0.61 | 0.62 | 0.61 | 1.84 |

表2样品B的ITP结果和补充统计数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 天 | 试验结果 | | | 数据平均值 | 天平均值 | 天标准差 |
| M1 | M2 | M3 | ij· | i·· | si |
| 1 | 第一天 | 0.66 | 0.65 | 0.65 | 1.96 | 3.95 | 0.00707 |
| 第二天 | 0.66 | 0.66 | 0.67 | 1.99 |
| 2 | 第一天 | 0.68 | 0.69 | 0.69 | 2.06 | 4.11 | 0.00236 |
| 第二天 | 0.68 | 0.68 | 0.69 | 2.05 |
| 3 | 第一天 | 0.67 | 0.68 | 0.65 | 2.00 | 4.02 | 0.00471 |
| 第二天 | 0.67 | 0.67 | 0.68 | 2.02 |
| 4 | 第一天 | 0.66 | 0.66 | 0.68 | 2.00 | 3.97 | 0.00707 |
| 第二天 | 0.65 | 0.65 | 0.67 | 1.97 |
| 5 | 第一天 | 0.68 | 0.67 | 0.68 | 2.03 | 4.02 | 0.00943 |
| 第二天 | 0.67 | 0.66 | 0.66 | 1.99 |

使用表1中的数据，由下列公式确定实验室间离差的h值和实验室内离差的k值。对于本方案，pi为5。

获得的h值和k值见表2。

表3 样品A和样品B的h值和k值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 样品A | | 样品B | |
| *hi* | *ki* | *hi* | *ki* |
| 1 | -0.04 | 0.58 | -1.03 | 1.07 |
| 2 | -1.35 | 1.73 | 1.55 | 0.36 |
| 3 | 0.39 | 0.58 | 0.10 | 0.72 |
| 4 | -0.37 | 0 | -0.71 | 1.07 |
| 5 | 1.37 | 1.16 | 0.10 | 1.43 |

当实验室数量为5时，ISO 19983:2017附录C的C.4规定的临界h值为1.57、临界k值为1.81，将表1中每一个h值和k值与相应的临界值比较，结论为结果中没有离群值，因而所有数据都有效。

表4显示使用方法A进行精密度分析所需的ITP结果和补充统计数据。

表4样品A的 ITP结果和补充统计数据（方法A）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 天 | 试验结果 | | | 数据总和 | 天总和 |
| M1 | M2 | M3 | *T*ij. | *T*i.. |
| 1 | 第一天 | 0.59 | 0.58 | 0.60 | 1.77 | 3.53 |
| 第二天 | 0.59 | 0.59 | 0.58 | 1.76 |
| 2 | 第一天 | 0.56 | 0.56 | 0.57 | 1.69 | 3.41 |
| 第二天 | 0.58 | 0.57 | 0.57 | 1.72 |
| 3 | 第一天 | 0.59 | 0.60 | 0.60 | 1.79 | 3.57 |
| 第二天 | 0.60 | 0.59 | 0.59 | 1.78 |
| 4 | 第一天 | 0.58 | 0.58 | 0.59 | 1.75 | 3.50 |
| 第二天 | 0.58 | 0.59 | 0.58 | 1.75 |
| 5 | 第一天 | 0.61 | 0.61 | 0.60 | 1.82 | 3.66 |
| 第二天 | 0.61 | 0.62 | 0.61 | 1.84 |

将表4中的数值应用于下列公式以产生ANOVA表。

= 17.67

表5样品A的 ANOVA表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 平方和 | 自由度 | 均方 | 预期平均值 |
| 实验室 | 0.00562 | 4 | 0.001405 | σM2+5σD2+10σL2 |
| 天 | 0.00025 | 5 | 0.00005 | σM2+5σD2 |
| 测量 | 0.0008 | 20 | 0.00004 | σM2 |
| 总和 | 0.00667 | 29 |  |  |

根据该ANOVA表，使用下列公式估计样品A的方差分量和计算精密度：

=0.000040

*r*=2.83*σ*M=2.83=0.017898

*r*D=2.83*s*rD=2.83=0.031508

*R***=**2.83*s*R=2.83=0.078805

表6样品B的 ITP结果和补充统计数据（方法A）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室 | 天 | 试验结果 | | | 数据总和 | 天总和 |
|  | M1 | M2 | M3 | *T*ij. | *T*i.. |
| 1 | 第一天 | 0.66 | 0.65 | 0.65 | 1.96 | 3.95 |
| 第二天 | 0.66 | 0.66 | 0.67 | 1.99 |
| 2 | 第一天 | 0.68 | 0.69 | 0.69 | 2.06 | 4.11 |
| 第二天 | 0.68 | 0.68 | 0.69 | 2.05 |
| 3 | 第一天 | 0.67 | 0.68 | 0.65 | 2.00 | 4.02 |
| 第二天 | 0.67 | 0.67 | 0.68 | 2.02 |
| 4 | 第一天 | 0.66 | 0.66 | 0.68 | 2.00 | 3.97 |
| 第二天 | 0.65 | 0.65 | 0.67 | 1.97 |
| 5 | 第一天 | 0.68 | 0.67 | 0.68 | 2.03 | 4.02 |
| 第二天 | 0.67 | 0.66 | 0.66 | 1.99 |

将表6中的数值应用于下列公式以产生ANOVA表。

= 20.07

表7样品B的 ANOVA表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 平方和 | 自由度 | 均方 | 预期平均值 |
| 实验室 | 0.00255 | 4 | 0.00064 | σM2+5σD2+10σL2 |
| 天 | 0.00065 | 5 | 0.00013 | σM2+5σD2 |
| 测量 | 0.00147 | 20 | 0.00007 | σM2 |
| 总和 | 0.00467 | 29 |  |  |

根据该ANOVA表，使用下列公式估计样品B的方差分量和计算精密度：

=0.000060

*r*=2.83*σ*M=2.83=0.021921

*r*D=2.83*s*rD=2.83=0.038318

*R***=**2.83*s*R=2.83=0.043690

将所得精密度数据汇总，见表8。

表8精密度验证试验结果

| 材料 | 平均值 | 实验室内，  日内 | | | 实验室内，  日间 | | | 实验室间 | | | 实验室 数量a |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *s*r | *r* | (*r*) | *s*rD | *r*D | (*r*D) | *S*R | *R* | （*R*） |
| 样品A | 0.59 | 0.006 | 0.018 | 3.04 | 0.007 | 0.019 | 3.15 | 0.016 | 0.046 | 7.88 | 5 |
| 样品B | 0.67 | 0.008 | 0.022 | 3.28 | 0.014 | 0.038 | 5.73 | 0.015 | 0.044 | 6.53 | 5 |
| a ——剔除离群值后的实验室最终数量。  *s*r ——日内重复性标准差；  *r* ——日内重复性，以测定单位表示；  （*r*） ——相对日内重复性，以百分数表示；  *s*rD ——日间重复性标准差；  *r*D ——日间重复性，以测定单位表示；  （*r*D）——相对日间重复性，以百分数表示；  *S*R ——再现性标准差；  *R* ——再现性，以测定单位表示；  （*R*）——相对再现性，以百分数表示。 | | | | | | | | | | | |

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。

3.2技术经济论证及预期的经济效果

由于我国天然橡胶采胶技术和加工模式的改变，天然胶乳稳定性有所下降，为了符合《浓缩天然胶乳 氨保存离心或膏化胶乳 规格》国家标准对天然胶乳技术指标的规定，初加工企业也在不断调整浓缩天然胶乳的生产工艺。为此，在修订本标准的过程中，对国内主要浓缩天然胶乳生产企业和检测机构进行了调研，充分听取了绝大多数企业和机构的相关意见，标准技术上先进，经济上合理。通过本标准的修订，为浓缩天然胶乳的检测提供了更加可靠的依据，有助于提高国产天然胶乳的质量，促进国内浓缩天然胶乳产业的健康发展，具有显著的社会效益和经济效益。

4采用国际标准和国外先进标准的程度以及与国际、国外同类标准水平的对比情况

本文件修改采用ISO 127：2018“Rubber, natural latex concentrate—Determination of KOH number”。本文件与ISO 127：2018的技术差异及其原因主要有以下几点：

（1）关于规范性引用文件，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；

（2）增加了关于去除溶液或蒸馏水中二氧化碳的两个注 (见4.3），以确保将二氧化碳对检测结果的影响排除；

（3）将“双份测定结果的绝对差值不得大于算术平均值的5%（以质量计）”（见ISO 127：2018第7章）调整至第8章，并增加了“试验结果以双份平行测定结果的平均值表示”（见第8章），以方便本标准的使用；

（4）为了保证试验结果的准确性，增加了“进行双份平行测定，结果取平均值”（见附录A）；

（5）更改了精密度（见附录C），采用现行的ISO 19983:2017《橡胶 试验方法精密度的确定》的规定代替已经废止的ISO/TR 9272:2005，重新确定了本标准的精密度，并将ISO 19983:2017列为参考文献。

5与现行法律法规和强制性标准的关系

本标准与有关现行法律、法规和强制性标准相协调，无冲突。

6 重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在修订过程中尚未出现重大意见分歧。

7 标准作为强制性或推荐性标准发布的意见

建议本标准作为推荐性国家标准发布实施。

8 贯彻标准的要求和措施建议

8.1本标准宣贯时应包括下列内容：

（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。

8.2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）由本文件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。

9. 废止现行有关标准的建议

无。

10. 其它应予说明的事项

无。

《浓缩天然胶乳 氢氧化钾(KOH)值的测定》修订小组

2022年7月6日