

目 次

前言	II
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	3
4 原理	3
5 试剂与材料	3
6 仪器	3
7 试验步骤	4
8 结果表示	4
9 精密度	4
10 试验报告	4
附录 A（资料性） 精密度	6
参考文献	7

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NY/T 1527—2007《天然生胶 水溶物含量的测定》，与NY/T 1527—2007相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了原理(见第4章，2007年版的第4章)；
- b) 删除了“电热板，能自动控制加热温度，最大加热温度(450±50)℃”(见第6章，见2007年版第6章第6.2条)；
- c) 删除了“电热干燥箱，能在(70±2)℃下恒温”(见第6章，见2007年版第6章第6.3条)；
- d) 增加了“鼓风干燥箱，温度可控制在100℃±5℃”(见6.3)；
- e) 更改了试验步骤方法(见第7章，2007年版的第7章)；
- f) 增加了规范性引用文件ISO 1795(见7.1)；
- g) 增加了规范性引用文件GB/T 24131.1(见7.3、7.5)；
- h) 更改了计算公式(见第8章，2007年版的第8章)；
- i) 增加了精密度(见第9章、附录A)；
- j) 更改了试验报告(见第10章，2007版的第10章)。

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。

本文件由农业农村部农垦局提出。

本文件由农业农村部热带作物及制品标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：中国热带农业科学院农产品加工研究所、海南省天然橡胶质量检验站。

本文件主要起草人：王兵兵、邓珍达、李乐、彭文凤、刘慧、张福全、廖禄生、邓辉、卢光、李一民。

本文件于2007年首次发布，本次为第1次修订。

天然生胶 水溶物含量的测定

警示——使用本文件的人员需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措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了天然生胶中水溶物含量的测定方法。
本文件适用于天然生胶、混炼胶料等未硫化橡胶的水溶物含量的测定。

2 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 1914 化学分析滤纸

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 24131.1 生橡胶 挥发分含量的测定 第1部分：热辊法和烘箱法

ISO 1795 Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

水溶物 water solubles

天然生胶中能溶于水的物质的总称。

3.2

水溶物含量 water solubles content

天然生胶中水溶物的质量分数。

4 原理

采用水作为溶剂对已除去挥发分且质量已知的试样进行煮沸萃取，然后过滤并对已除去水溶物的试样进行干燥、称量、恒重，采用试样萃取前后的重量差求出水溶物含量。

5 试剂与材料

5.1 水，符合 GB/T 6682，三级以上。

5.2 定性滤纸，符合 GB/T 1914 的规定。

6 仪器

实验室常规仪器与设备。

- 6.1 恒温水浴锅，能控制水温在 100 °C ± 5 °C。
- 6.2 分析天平，精度为 0.1 mg。
- 6.3 鼓风干燥箱，温度可控制在 105 °C ± 5 °C。

7 试验步骤

- 7.1 按照 ISO 1795 进行取样匀化，称取 250 g ± 5 g 实验室样品，将开炼机距调至 1.3 mm ± 0.15 mm，滚筒在自来水冷却下保持室温，过辊 6 次使实验室样品均匀化。第 2 次至第 5 次过辊时，每次通过辊筒间隙后，把橡胶卷成筒状，将其垂直进入辊筒之间进行下一次辊压，且每次过辊后将散落的固体全部混入胶片中；第 6 次过辊后进行下片，将胶片放入干燥器或密封袋中冷却至室温。
- 7.2 从均匀化的样品中切取适量的试样，通过开炼机冷辊（辊间距调至压出的胶片厚度小于 2 mm）压薄两次后，用分析天平（6.2）称取约 10 g（精确至 0.1 mg）试样，用剪刀剪成宽约 1 mm 的条状，质量为 m_0 。将称取后的试样置于已知质量称量皿中。
- 7.3 按照 GB/T 24131.1，将盛有试样的称量皿和定性滤纸（5.2）分别放入 105 °C ± 5 °C 的鼓风干燥箱（6.3）中干燥 1 h，然后取出试样放入干燥器中冷却至室温，称量；再将试样放入 105 °C ± 5 °C 的鼓风干燥箱（6.3）中干燥 0.5 h，取出放入干燥器中，冷却至室温称量，如此反复，直到连续两次称量值之差不大于 1 mg，试样重量为 m_1 ，定性滤纸（5.2）质量为 m_2 ，精确到 0.1 mg。
- 7.4 将已除去挥发分的试样放入 250 ml 高型烧杯中，加入 160 ml 水（5.1），将试样全部浸入水中，盖上表面皿，在恒温水浴锅（6.1）中加热萃取 2 h。在室温下浸放（16 ± 2 h）后，用已知质量的定性滤纸（5.2）过滤，并用适量的水（5.1）清洗 2 至 3 次，然后将过滤后的试样和定性滤纸转移至已知质量的称量皿中。
- 7.5 按照 GB/T 24131.1，将盛放已萃取水溶物的试样和过滤使用的定性滤纸（5.2）的称量皿放入 105 °C ± 5 °C 的鼓风干燥箱（6.3）中干燥 1 h，然后取出试样放入至干燥器中冷却至室温称量；再将试样放入 105 °C ± 5 °C 的鼓风干燥箱（6.5）中干燥 0.5 h，取出放入干燥器中，冷却至室温，用分析天平（6.2）称量，如此反复，直到连续两次称量值之差不大于 1 mg，试样重量为 m_3 ，定性滤纸的质量为 m_4 ，精确到 0.1 mg。

8 结果表示

水溶物含量用 w 表示，单位为质量百分数%，按公式（1）计算：

$$W = \frac{(m_1 + m_2) - (m_3 + m_4)}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1.)$$

式中：

- m_1 ——除去挥发分后试样的重量，单位为克（g）；
- m_2 ——干燥后定性滤纸的重量，单位为克（g）；
- m_3 ——萃取后再次除去挥发分的试样重量，单位为克（g）；
- m_4 ——过滤、干燥后定性滤纸的重量，单位为克（g）；
- m_0 ——试样的质量，单位为克（g）。

9 精密度

见附录A。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本文件的编号；
- b) 识别样品所需的全部细节；

- c) 所用设备名称及型号；
- d) 试验结果及其表示单位；
- e) 试验期间出现的异常现象；
- f) 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；
- g) 试验日期。

附录 A
(资料性)
精密度

A.1 总则

中国热带农业科学院农产品加工研究所于2023年按ISO 19983:2022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1种天然生胶 (样品1)。这些实验室在两日一组试验的每日进行了三次重复测定。每一试验日相隔一周。

A.2 精密度结果

表A.1列出了精密度结果。采用ISO 19983:2022所述的离群值剔除程序获得这些结果。

- a) **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 A.1 所列的日内重复性。
- b) **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 A.1 所列的日间重复性。
- c) **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 A.1 所列的再现性。

表A.1精密度数据

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
		s_r	r	(r)	s_{rd}	r_d	(r_d)	s_R	R	(R)	
样品 1	0.249	0.005	0.027	11.04	5.51	0.029	11.57	0.003	0.028	11.15	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 (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 ——实验室间标准差; R ——再现性 (以测定单位表示); (R)——相对再现性 (以百分数表示)。											

参 考 文 献

- [1] GB/T 3516-2006 橡胶 溶剂抽出物的测定
 - [2] NY/T 1527-2007 天然生胶 水溶物含量的测定
 - [3] ISO 19983:2022 Rubber — Determination of precision of test methods
-

农业行业标准

《天然生胶 水溶物含量的测定》

(征求意见稿)

编制说明

《天然生胶 水溶物含量的测定》起草组

2023年08月

一、工作简况

(一) 任务来源

1. 任务来源

2023年3月16日,农业农村部农产品质量安全监管司发布的《关于下达2023年农业国家和行业标准制修订项目计划的通知》(农质标函〔2023〕51-142号),由中国热带农业科学院农产品加工研究所承担《天然生胶 水溶物含量的测定》(项目编号:NYB-23040)标准的修订工作。

2. 本标准修订的意义

根据“十四五”热带作物标准体系规划对天然橡胶、热带经济作物及其加工机械的具体要求,结合相关领域国内外技术现状和未来发展方向,为满足政府部门监管、产业发展和贸易需要,提出了修订NY/T 1527-2007《天然生胶 水溶物含量的测定》的计划,其中修订的项目是为了优化测试方法以满足行业对高性能天然橡胶的需求和国家安全发展战略。

水溶物是天然橡胶重要的组成成分之一,与天然橡胶的质量和使用性能均有密切关系。据资料显示,水溶物极性较大,易吸潮,导致天然橡胶发霉,降低天然橡胶的电绝缘性;水溶物含量高的天然橡胶的模量和拉伸强度比水溶物含量低的大。然而,根据GB/T 24131.1-2018《生橡胶 挥发分含量的测定 第1部分:热辊法和烘箱法》方法A可知高温匀化处理时会导致天然橡胶中部分挥发分损失,从而影响着水溶物萃取前的天然橡胶原始重

量，导致水溶物含量出现偏差；同时，天然生胶中水溶物含量通常只有 0.1%~0.4%，在萃取时会因人为或仪器的微小误差导致实验结果出现较大的偏差，从而影响实验结果的重复性和平行性。因此，修订 NY/T 1527-2007《天然生胶 水溶物含量的测定》势在必行，精准检测天然生胶中水溶物含量既可为未来深入开展天然橡胶结构-性能研究，也可促进国产高性能天然橡胶的研发提供技术支持。

(二) 起草单位

本标准的起草单位：中国热带农业科学院农产品加工研究所、海南省天然橡胶质量检验站。

中国热带农业科学院农产品加工研究所是本项目的承担单位，是我国最早系统建立天然橡胶加工基础理论和应用技术研究体系的科研机构，拥有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秘书处、海南省天然橡胶加工重点实验室、广东省天然橡胶加工重点实验室等 18 个部省级以上科研平台。先后获科技成果 180 多项，获国家和省部级科技奖励近 60 项。建有高性能天然橡胶柔性研发车间、高性能天然橡胶加工基地、高性能天然橡胶加工技术试验基地 3 个。近年来在天然橡胶领域承担国家自然科学基金、国防科工局配套科研等 35 项，授权发明专利 61 项，制订标准 22 项。

海南省天然橡胶质量检验站作为本项目的参与单位，隶属海南省农业农村厅，是厅直属正处级事业单位（海南省机构编制委

员办公室关于印发海南省天然橡胶质量检验站机构编制方案的通知，琼编办〔2016〕379号)。主要承担农产品(含农业投入品、农业生产环境，下同)质量监督检验，国家和各地、各部门下达的农产品质量安全例行监测、监督抽查、质量普查及产品质量认证和市场准入等检验工作和农产品质量安全重大事故、纠纷的调查、鉴定和评价，承担委托、仲裁等检验工作，主要从事检测技术、质量安全及风险评估等研究，国家、行业和地方标准制定、修订及验证工作和国内外农产品质量安全技术交流、培训、指导、服务及咨询等。

本标准主要完成人

姓名	性别	工作单位	职称	项目分工
王兵兵	男	中国热带农业科学院农产品加工研究所	助理研究员	项目负责人，起草并撰写标准文本及其编制说明
邓珍达	女	中国热带农业科学院农产品加工研究所	实验员	优化测试条件和实验
李 乐	女	海南省天然橡胶质量检验站	助理工程师	优化测试条件和实验
彭文凤	女	中国热带农业科学院农产品加工研究所	研究实习员	优化测试条件和实验
刘 慧	女	海南省天然橡胶质量检验站	农艺师	优化测试条件和实验
张福全	男	中国热带农业科学院农产品加工研究所	副研究员	调研、召开研讨会
廖禄生	男	中国热带农业科学院农产品加工研究所	研究员	首席专家，对技术内容负责

邓 辉	女	海南省天然橡胶质量检验站	高级工程师	资料收集和文献调研
李一民	女	中国热带农业科学院农产品加工研究所	助理研究员	标准文稿的审核
卢光	男	中国热带农业科学院农产品加工研究所	研究员	标准文稿的审核

(三) 主要工作过程

1. 起草阶段

2022年07月-2022年11月,起草组积极查阅相关国际标准、国家标准和试验方法,在NY/T 1527-2007《天然生胶 水溶物含量的测定》的基础上,开展初步验证试验,验证了用于样品测试的重量影响、萃取时间和浸泡时间的影响,以及水溶物含量计算方法的确定的试验;于2022年11月起草了标准初稿,在此基础上进行了多次讨论,一致认为,天然生胶中水溶物含量是影响天然橡胶产品质量和使用性能的重要内容,并申报了农业行业标准项目。

2023年03月,在行业标准修订项目计划下达后,成立了标准修订小组,按照项目任务拟定了工作大纲,进行了项目各参与成员的任务分工,并确定了标准所需的技术内容。

2023年07月~8月,标准起草小组组织开展了方法验证试验,参与单位有广州华晰检测技术中心(实验室A)、上海微谱化工技术有限公司(实验室B)和农业农村部热带作物产品加工重点实验室(实验室C)。按照《天然生胶 水溶物含量的测定》征求意见稿的技术内容进行三方试验,通过采用三方实验室比对实验,

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/198137011120007002>