GB/T 8291-××××《胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》 （征求意见稿）编制说明

1 简况

1.1 任务来源

根据国家标准化管理委员会国标委〔2021〕12号文件“国家标准化管理委员会关于下达2021年第一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《胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》（计划号20211086-T-606），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和中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院负责起草。

1.2 本标准修订的意义

橡胶胶乳（简称胶乳）包括天然胶乳和合成胶乳，除了可以直接用于生产气球、海绵、避孕套、手套、胶丝、胶管等产品外，还可用于浸渍帘布、地毯、造纸、纺织、无纺布、胶粘剂、涂料、密封胶等产品。现已广泛应用于国防、气象、医疗卫生、交通运输、工业、农业、建筑和食品工业等领域。

凝块含量是浓缩天然胶乳规格标准GB/T 8289《浓缩天然胶乳 氨保存离心或膏化胶乳 规格》中性能项目之一，也是合成胶乳产品标准GB/T 25260.1-2010《合成胶乳 第1部分：羧基丁苯胶乳（XSBRL）56C 、55B》和GB/T 25260.2-2018《合成胶乳 第2部分：羧基丁腈胶乳（XNBRL）》规定的关键质量指标。因此，胶乳凝块含量（筛余物）的测定方法标准是天然橡胶标准体系和合成橡胶标准体系中的重要基础标准。严格规范胶乳的测定方法，对其质量监管和国际贸易都有非常积极的意义。

1976年，国际标准化组织首次制定ISO 706，随后于1985和2004年共进行了2次修订；1987年，我国参照ISO 706:1985制定了GB/T 8291－1987，并于2008年进行了修订；2011年我国修改采用ISO 706:2004制定了SH/T 1153－2011。

目前，我国浓缩天然胶乳测定凝块含量（筛余物）的标准有GB/T 8291―2008《浓缩天然胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》，而合成胶乳定凝块含量（筛余物）标准有SH/T 1153-2011 《合成橡胶胶乳 凝固物含量（筛余物）的测定》，两者均修改采用ISO 706:2004。在这两项标准中，GB/T 8291-2008使用“凝块”作为ISO 706：2004中“coagulum”的对应术语，而1153-2011则使用“凝固物”，术语不统一；除了适用范围不同外（分别适用于天然胶乳和合成胶乳），关于凝块含量（筛余物）的测定技术内容均相同。

因此，按照国家《深化标准化工作改革方案》的精神和要求，根据2016年推荐性标准集中复审结论，拟整合修订GB/T 8291―2008 和SH/T 1153-2011，在修订后的GB/T 8291中增加合成胶乳凝块含量的测定部分，并将标准名称改为《胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》。本次修订将有利于橡胶与橡胶制品推荐性标准体系的优化，也能更好地与国际标准接轨，有利于对国产和进口胶乳的质量控制，并为我国胶乳生产和国际贸易提供技术保障。

1.3 主要工作过程

2021年4月，在国家标准制定项目计划下达后，成立了标准制定小组，拟定工作大纲，进行任务分工。

根据本标准拟修订的技术要求，了解到GB/T 8291《胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》规定了的测定方法。通过与相关单位的技术人员和管理人员讨论《胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》标准制定的技术内容，听取了各单位的意见。针对修改采用国际标准ISO 706:2004的技术内容，全国橡标委天然橡胶分会秘书处组织开展了验证试验，参与单位有海南省天然橡胶质量检验站（实验室A）、中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院（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 706:2004的技术要求，对2个浓缩天然胶乳样品A和B以及2个合成胶乳样品C和D的凝块含量（筛余物）进行测定，每个实验室被要求间隔一周进行两天不同的测试，每天进行四次测量，使用ISO 19983：2017的进行精密度分析。

在上述工作的基础上，经过综合分析，确定了本标准的征求意见稿。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。

2国家标准编写原则和确定国家标准主要内容的论据

2.1标准编制原则

2.1.1本标准按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/T 1.2-2020《标准化工作导则第2部分：以ISO/IEC标准化文件为基础的标准化文件起草规则》的规定编制，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（特别是天然橡胶系列标准）保持一致。

2.2 确定标准主要内容的论据

本标准在试验验证的基础上修改采用ISO 706:2004《胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》。

3主要试验（或验证）的分析、综述报告、技术经济论证和预期的经济结果

3.1主要试验（或验证）的分析

全国橡标委天然橡胶分会秘书处组织开展了验证试验，参与单位有海南省天然橡胶质量检验站（实验室A）、中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院（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 706:2004的技术要求，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）]的凝块含量（筛余物）进行测定，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。因ISO/TR 9272无现行有效版本，按ISO 19983:2017（代替ISO/TR 9272:2005）的6.7.1中方法A组织了实验室间试验方案（ITP），ITP结果及补充统计数据见表1～表4。

表1 样品A的ITP结果及补充统计数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室p（p=3） | 天q（q=2） | 测量n（n=4） | | | | **平均值yij.** | **天平均值yi..** | **天标准差Si** |
| A | 1 | 0.0030 | 0.0021 | 0.0028 | 0.0037 | 0.0029 | 0.0033 | 0.00053 |
| 2 | 0.0026 | 0.0051 | 0.0033 | 0.0036 | 0.0037 |
| B | 1 | 0.0044 | 0.0044 | 0.0043 | 0.0043 | 0.0044 | 0.0047 | 0.00048 |
| 2 | 0.0051 | 0.0051 | 0.0050 | 0.0049 | 0.0050 |
| C | 1 | 0.0022 | 0.0015 | 0.0070 | 0.0012 | 0.0030 | 0.0036 | 0.00090 |
| 2 | 0.0049 | 0.0036 | 0.0040 | 0.0045 | 0.0043 |

表2 样品B的ITP结果及补充统计数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室p（p=3） | 天q（q=2） | 测量n（n=4） | | | | **平均值yij.** | **天平均值yi..** | **天标准差Si** |
| A | 1 | 0.0028 | 0.0024 | 0.0043 | 0.0029 | 0.0031 | 0.0029 | 0.00035 |
| 2 | 0.0021 | 0.0031 | 0.0029 | 0.0023 | 0.0026 |
| B | 1 | 0.0012 | 0.0019 | 0.0018 | 0.0018 | 0.0017 | 0.0022 | 0.00071 |
| 2 | 0.0021 | 0.0029 | 0.0028 | 0.0029 | 0.0027 |
| C | 1 | 0.0014 | 0.0030 | 0.0014 | 0.0020 | 0.0020 | 0.0015 | 0.00064 |
| 2 | 0.0006 | 0.0010 | 0.0007 | 0.0019 | 0.0011 |

表3 样品C的ITP结果及补充统计数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室p（p=3） | 天q（q=2） | 测量n（n=4） | | | | **平均值yij.** | **天平均值yi..** | **天标准差Si** |
| A | 1 | 0.0010 | 0.0010 | 0.0017 | 0.0013 | 0.0013 | 0.0012 | 0.00004 |
| 2 | 0.0008 | 0.0021 | 0.0008 | 0.0011 | 0.0012 |
| B | 1 | 0.0024 | 0.0024 | 0.0025 | 0.0025 | 0.0025 | 0.0028 | 0.00048 |
| 2 | 0.0034 | 0.0028 | 0.0029 | 0.0034 | 0.0031 |
| C | 1 | 0.0013 | 0.0014 | 0.0020 | 0.0023 | 0.0018 | 0.0017 | 0.00012 |
| 2 | 0.0015 | 0.0009 | 0.0020 | 0.0019 | 0.0016 |

表4 样品D的ITP结果及补充统计数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 实验室p（p=3） | 天q（q=2） | 测量n（n=4） | | | | **平均值yij.** | **天平均值yi..** | **天标准差Si** |
| A | 1 | 0.0008 | 0.0011 | 0.0027 | 0.0011 | 0.0014 | 0.0013 | 0.00016 |
| 2 | 0.0023 | 0.0006 | 0.0011 | 0.0008 | 0.0012 |
| B | 1 | 0.0003 | 0.0004 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0003 | 0.0004 | 0.00012 |
| 2 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 | 0.0005 |
| C | 1 | 0.0027 | 0.0028 | 0.0028 | 0.0027 | 0.0028 | 0.0026 | 0.00023 |
| 2 | 0.0018 | 0.0022 | 0.0028 | 0.0029 | 0.0024 |

模型的h和k统计量是通过当天重复测试数据的平均值计算出来的。使用表2~表4中的数据，实验室离散度之间的h值和实验室离散度之间的k值由以下公式确定。

得到的h值和k值见表5和表6。

表5 获得的h值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **实验室** | ***hi*** | | | |
| **样品A** | **样品B** | **样品C** | **样品D** |
| 1 | -0.81 | 1.00 | -0.86 | -0.09 |
| 2 | 1.08 | 0.00 | 1.10 | -0.90 |
| 3 | -0.41 | -1.00 | -0.24 | 1.08 |

表6 获得的k值

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **实验室** | **ki** | | | |
| **样品A** | **样品B** | **样品C** | **样品D** |
| 1 | 0.80 | 0.60 | 0.12 | 0.90 |
| 2 | 0.72 | 1.21 | 1.67 | 0.70 |
| 3 | 1.36 | 1.09 | 0.43 | 1.30 |

将每个h和k值与相应的临界值进行比较。根据ISO 19983：2017的附录C的C.4，当p为3时，临界h值为1.15，临界k值为1.62。由于表5和表6中没有一个超过这些值，因此得出结论，结果中没有异常值，所有数据都是有效的。

采用ISO 19983:2017的6.7.1中方法A对ITP结果进行精密度分析，需要来自两天试验[以j (j = 1, 2) 表示]的数据[以k (k = 1, 2,3,4) 表示] 以产生精密度表（见表7）；本文件中q = 2，因此在3间实验室[以 i (i =1, 2, 3) 表示]中(j = 1, 2)进行的。表7显示了四个样品使用方法A进行精度评价所需的补充统计数据。

表7 四个样品的补充统计数据

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **实验室p,p=3** | **天q，q=2** | **样品A** | | **样品B** | | **样品C** | | **样品D** | |
| **数据总和**  **Tij.** | **天总和**  **Ti.** | **数据总和**  **Tij.** | **天总和**  **Ti.** | **数据总和**  **Tij.** | **天总和**  **Ti.** | **数据总和**  **Tij.** | **天总和**  **Ti.** |
| A | 1 | 0.0116 | 0.0262 | 0.0124 | 0.0228 | 0.0050 | 0.0098 | 0.0057 | 0.0105 |
| 2 | 0.0146 | 0.0104 | 0.0048 | 0.0048 |
| B | 1 | 0.0174 | 0.0375 | 0.0067 | 0.0174 | 0.0098 | 0.0223 | 0.0013 | 0.0033 |
| 2 | 0.0201 | 0.0107 | 0.0125 | 0.0020 |
| C | 1 | 0.0119 | 0.0289 | 0.0078 | 0.0120 | 0.0070 | 0.0133 | 0.0110 | 0.0207 |
| 2 | 0.0170 | 0.0042 | 0.0063 | 0.0097 |
| 注：实验室总数量为p:i=1,2,3  每间实验室总共有两天结果：j = 1, 2。  每天进行了总共r次测量：k = 1, 2,3,4。 | | | | | | | | | |

将表1～表4和表7的这些值分别应用于以下公式，以生成各个样品的方差分析表（见表8～表11）。

表8 得到的样品A的方差分析表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **来源** | **平方和** | **自由度** | **均方** | **预期平均值** |
| 实验室 | *S*L =8.71E-06 | *p*-1 =2 | *V*L= *S*L/(*p*–1)=4.35E-06 | *σ*M2+2*σ*D2+4*σ*L2=4.35E-06 |
| 天 | *S*D =5.29E-06 | *p =*3 | *V*D= *S*D/ *p=*1.76E-06 | *σ*M2+2*σ*D2=1.76E-06 |
| 测量 | *S*M=2.78E-05 | 2*p*(*n*-1) =18 | *V*M= *S*M/2*p*(*n*-1) =1.54E-06 | *σ*M2=1.54E-06 |
| 总和 | ST =4.18E-05 | 2*pn*-1=23 |  |  |

表9得到的样品B的方差分析表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **来源** | **平方和** | **自由度** | **均方** | **预期平均值** |
| 实验室 | *S*L =7.29E-06 | *p*-1 =2 | *V*L= *S*L/(*p*–1)=3.65E-06 | *σ*M2+2*σ*D2+4*σ*L2=3.65E-06 |
| 天 | *S*D =4.12E-06 | *p =*3 | *V*D= *S*D/ *p=*1.37E-06 | *σ*M2+2*σ*D2=1.37E-06 |
| 测量 | *S*M=6.25E-06 | 2*p*(*n*-1) =18 | *V*M= *S*M/2*p*(*n*-1) =3.47E-07 | *σ*M2=3.47E-07 |
| 总和 | ST =1.77E-05 | 2*pn*-1=23 |  |  |

表10得到的样品C的方差分析表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **来源** | **平方和** | 自由度 | **均方** | **预期平均值** |
| 实验室 | *S*L =1.04E-05 | *p*-1 =2 | *V*L= *S*L/(*p*–1)=5.20E-06 | *σ*M2+2*σ*D2+4*σ*L2=5.20E-06 |
| 天 | *S*D =9.77E-07 | *p =*3 | *V*D= *S*D/ *p=*3.26E-07 | *σ*M2+2*σ*D2=3.26E-07 |
| 测量 | *S*M=3.23E-06 | 2*p*(*n*-1) =18 | *V*M= *S*M/2*p*(*n*-1) =1.79E-07 | *σ*M2=1.79E-07 |
| 总和 | ST =1.46E-05 | 2*pn*-1=23 |  |  |

表11 得到的样品D的方差分析表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **来源** | **平方和** | **自由度** | **均方** | **预期平均值** |
| 实验室 | *S*L =1.91E-05 | *p*-1 =2 | *V*L= *S*L/(*p*–1)=9.56E-06 | *σ*M2+2*σ*D2+4*σ*L2=9.56E-06 |
| 天 | *S*D =3.74E-07 | *p =*3 | *V*D= *S*D/ *p=*1.25E-07 | *σ*M2+2*σ*D2=1.25E-07 |
| 测量 | *S*M=4.79E-06 | 2*p*(*n*-1) =18 | *V*M= *S*M/2*p*(*n*-1) =2.66E-07 | *σ*M2=2.66E-07 |
| 总和 | ST =2.43E-05 | 2*pn*-1=23 |  |  |

根据各个样品的方差分析表（表8～表11），得到样品的方差分量估计（见表12）。

表12 样品的方差分量估计

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **方差分量** | **样品A** | **样品B** | **样品C** | **样品D** |
| **实验室间方差分量，σL2** | 3.24E-07 | 2.84E-07 | 6.09E-07 | 1.18E-06 |
| **日间方差分量，σD2** | 5.50E-08 | 2.56E-07 | 3.67E-08 | -3.54E-08 |
| **重复性方差分量，σM2** | 1.54E-06 | 3.47E-07 | 1.79E-07 | 2.66E-07 |
| **日间重复性方差，srD2** | 1.60E-06 | 6.04E-07 | 2.16E-07 | 2.31E-07 |
| **再现性方差，sR2** | 1.92E-06 | 8.88E-07 | 8.25E-07 | 1.41E-06 |
| **重复性，r** | 0.0035 | 0.0017 | 0.0012 | 0.0015 |
| **日间重复性，rD** | 0.0036 | 0.0022 | 0.0013 | 0.0014 |
| **再现性，R** | 0.0039 | 0.0027 | 0.0026 | 0.0034 |
| 注：  *r*=2.83*σ*M  *r*D=2.83*s*rD  *R***=**2.83*s*R | | | | |

根据以上数据，确定精密度数据，见表14。

表14 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。 | | | | | | | | | | | |

3.2技术经济论证和预期的经济效果

本次标准修订将使胶乳凝块含量（筛余物）的测定技术内容更加规范，且与国际标准保持一致，从而有利于对国产和进口天然橡胶的质量监管，进一步提高国产天然生胶的质量，促进我国橡胶行业的发展，并为我国天然橡胶生产和国际贸易提供技术保障，具有较好的经济效益和社会效益。

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

本标准采用修改采用ISO 706:2004《胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》，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：
3. 用修改采用国际标准的GB/T 6003.1代替了ISO 3310-1；
4. 用等同采用国际标准的GB/T 8290代替了ISO 123；
5. 将ISO 4576改为参考文献（见参考文献，ISO 706:2004的第2章）；
6. 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；
7. 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；
8. 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）。

5 本标准与有关现行法律、法规和强制性标准没有冲突。

6 本标准（征求意见稿）在修订过程中尚未出现重大意见分歧。

7 建议本标准作为推荐性标准发布实施。

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。

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。

9 废止现行有关标准的建议

无。

10 其它需要说明的事项

无。

《胶乳 凝块含量（筛余物）的测定》起草小组

2022年6月30日