



中华人民共和国国家标准

GB/T 37498—2019

天然生胶 技术分级橡胶(TSR)凝胶 含量的测定

Rubber, raw natural—Determination of the gel content of technically
specified rubber (TSR)

(ISO 17278:2013, MOD)

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂 1

6 仪器 2

7 条件 2

8 试验步骤 2

 8.1 样品数量 2

 8.2 试验步骤 2

9 结果表示 3

10 精密度..... 3

11 试验报告..... 3

附录 A（资料性附录） 精密度 4

参考文献..... 6

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 17278:2013《天然生胶 技术分级橡胶(TSR)凝胶含量的测定》。

本标准与 ISO 17278:2013 相比在结构上有一处调整,即将 ISO 17278:2013 的第 4 章(术语和定义)改为本标准的第 3 章,将 ISO 17278:2013 的第 3 章(原理)改为本标准的第 4 章。

本标准与 ISO 17278:2013 的主要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性差异的调整,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:

- 用等同采用国际标准的 GB/T 2941 代替 ISO 23529;
- 用修改采用国际标准的 GB/T 8081—2018 代替 ISO 2000。

——将“原理”中的“技术分级橡胶低黏恒黏胶(LoV-TSR)”改为“技术分级橡胶(TSR)”,因为本试验方法适用于所有技术分级橡胶(见第 4 章,ISO 17278:2013 的第 3 章)。

——增加了关于化学试剂丙酮的规定,因其也是试验所用的试剂(见 5.2)。

——增加了关于具塞的三角烧瓶或试管规定,以防止因长时间接触甲苯溶剂可能导致离心管溶胀、变形(见 6.6,8.2.4)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本标准起草单位:中国热带农业科学院农产品加工研究所、广东检验检疫技术中心。

本标准主要起草人:王启方、刘宏超、刘能盛、卢光、余和平。

天然生胶 技术分级橡胶(TSR)凝胶含量的测定

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本标准规定了技术分级橡胶(TSR)凝胶含量的测定方法。

本标准适用于技术分级橡胶(TSR)凝胶含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 2941 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序(GB/T 2941—2006, ISO 23529:2004, IDT)

GB/T 8081—2018 天然生胶 技术分级橡胶(TSR)规格导则(GB/T 8081—2018, ISO 2000:2014, MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

技术分级橡胶 technically specified rubber; TSR

从巴西三叶橡胶树得到的天然橡胶(一般加工成块状),性能符合相应的技术分级指标。

4 原理

在规定条件下,将技术分级橡胶(TSR)溶解于甲苯溶剂中,以橡胶未溶解部分的质量分数表示凝胶含量。

5 试剂

警示——甲苯溶剂会从烧瓶或离心管挥发。因此,只应在当地健康保护和安全法规许可的条件下,在通风条件良好的地方处理甲苯溶剂。

仅使用确认的分析纯试剂。

5.1 甲苯。

5.2 丙酮。

6 仪器

6.1 实验室离心机,最小转速 14 000 r/min。

如果达不到上述转速,也可采用 8 000 r/min 的转速,但需要延长离心时间(8.2.4)。

注:当离心转速为 14 000 r/min 时,重力加速度为 22 000 g;当离心转速为 8 000 r/min 时,重力加速度为 7 000 g。

6.2 带旋盖离心管,最小容积 30 mL,能承受离心力的作用,并能加热至 110 ℃ 以上的温度。

6.3 天平,能精确至 0.1 mg。

6.4 实验室烘箱,重力对流型,温度控制精度为±10 ℃。

6.5 称量容器,如称量用铝盒或铝板等。

6.6 三角烧瓶或试管,具塞,最小容积 50 mL。

7 条件

应按照 GB/T 2941 的规定控制实验室条件。

8 试验步骤

8.1 样品数量

按照 GB/T 8081—2018 中第 7 章的规定,选取两个样品。

8.2 试验步骤

8.2.1 从未经塑炼的实验室样品中取样,按每 30 mL 甲苯溶剂溶解 0.1 g 橡胶的比例计算样品质量。

注:当离心管容积为 50 mL 时,甲苯溶剂用量 30 mL(参见 8.2.3),样品量为 0.1 g。

8.2.2 用干净的剪刀将样品剪成大约 1 mm³ 的碎片。将剪碎的试样称量(m_0),精确至 0.1 mg,然后置于干净的离心管(6.2)中。该离心管预先在 100 ℃ 加热 1 h,然后贮存于干燥器中。

8.2.3 将甲苯溶剂加入离心管(6.2)中,用量为拟使用的离心管总容积的 60%。盖紧离心管,并用手将其摇动几秒钟。然后,于(25±2)℃ 避光条件下静置 16 h~20 h。静置期间不应搅拌。

8.2.4 随后,将离心管摇动 60 s,使底部果冻状沉淀物分散。

为避免离心管因长时间接触溶剂而导致损坏,也可采用具塞三角烧瓶或试管(6.6)按 8.2.1~8.2.3 的条件对样品进行溶解,随即转移至离心管(6.2)中。用未使用过的甲苯溶剂冲洗三角烧瓶或试管,确保所有沉淀物完全转移到离心管中。

所有离心管放入离心机之前应加满未使用过的甲苯溶剂,以确保所有离心管中溶液的体积相同。

注:通常,离心管要加满溶液,以便尽量减小离心管顶部因离心过程的负压产生的静空。

扭紧离心管旋盖,将离心管放入离心机,以 14 000 r/min 转速离心 2 h。

如果离心机转速低于 14 000 r/min,以 8 000 r/min 转速离心 6 h。

基于安全理由,离心机的使用说明书通常会规定离心温度。如果没有列出,可将离心温度设定在 0 ℃~25 ℃。

8.2.5 从离心机中取出离心管,将离心管倾斜大约 45°,吸取离心管中的液体。注意避免吸取沉淀物。

8.2.6 向沉淀物中加入 1 mL~3 mL 丙酮,以使沉淀物容易从离心管底部剥离。将离心管静置 30 s 以上,然后吸取离心管中的液体。

8.2.7 用刮刀或类似于刮刀的钩子从离心管底部剥离沉淀物,转入干净且已恒重的称量容器(m_1 ,称量精确至 0.1 mg)(6.5)中。必要时,可用少量丙酮冲洗刮刀。

8.2.8 将称量容器在通风橱中放置 30 min 使溶剂挥发,以免加热时溶剂闪燃。随后,将含有沉淀物的称量瓶放入烘箱中,于 110 ℃干燥 1 h。

8.2.9 从烘箱中取出称量容器,于干燥器中冷却 30 min。

8.2.10 对含有干沉淀物的称量容器进行称量(m_2),精确至 0.1 mg。

8.2.11 重复 8.2.8、8.2.9 和 8.2.10 的操作,直至两次连续称重差值小于 0.2 mg。记录第一个试样所需的干燥时间,以便在系列试验中使用其作为下一试样的干燥时间。记录最终质量(m_2)。

9 结果表示

按式(1)计算凝胶含量(G),以质量分数(%)表示,修约至小数点后 1 位。

$$G = \frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_0 ——试样的质量(8.2.2),单位为克(g);

m_1 ——空称量容器的质量(8.2.7),单位为克(g);

m_2 ——干沉淀物和称量容器的质量(8.2.10),单位为克(g)。

试验结果以两个试样凝胶含量的平均值表示。

10 精密度

参见附录 A。

11 试验报告

试验报告应包括如下内容:

- a) 本标准编号;
- b) 标识试样所需的全部细节;
- c) 试验方法;
- d) 实验室温度;
- e) 离心机直径、离心温度、转速和离心时间;
- f) 本标准未规定的任何操作之详情;
- g) 试验结果;
- h) 样品数;
- i) 每个试样的试验结果;
- j) 试验结果平均值;
- k) 试验过程任何异常现象;
- l) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
精 密 度

A.1 总则

2011 年 1 月至 2 月,开展了一项旨在评价技术分级橡胶(TSR)凝胶含量测定方法精密度的实验室间试验方案(ITP)。按照 ISO/TR 9272 的规定对试验结果进行处理。共有 5 个国家的 10 间实验室参与了本次 ITP。

制备了具有不同凝胶含量的 3 个 TSR 样品用于本次 ITP,参见表 A.1。这些样品分别寄给各实验室,并要求其在收到试样后随即开展试验。所有试验安排在相隔一周的两天完成,每天进行两次试验($n=2$)。

本次 ITP 所确定的精密度结果不宜作为评判任何一类材料或产品的接受或拒收试验之依据,除非有证据证明这些精密度参数适用于特定的材料或产品以及包含本试验方法的特定试验方案。

表 A.1 TSR 样品

样品	样品 A	样品 B	样品 C
凝胶含量	低	中	高
注:试验完成之前,所有样品宜于有空调处适当贮存。			

表 A.2 为精密度结果。这些结果是按照 ISO/TR 9272 规定的离群值消除程序确定的。

表 A.2 凝胶含量的精密度

材料	平均值 %	实验室内			实验室间			实验室数量
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)	
材料 A	0.80	0.14	0.39	48.8	0.45	1.27	158.8	8
材料 B	5.20	0.26	0.75	14.4	1.52	4.31	82.9	8
材料 C	8.20	0.56	1.57	19.1	2.02	5.71	69.6	9
重复次数 $n=2$ s_r ——重复性标准差; s_R ——再现性标准差; r ——重复性(以测量单位表示); (r) ——重复性[以百分数表示(代表的是相对百分数,即百分数之百分数)]; R ——再现性(以测量单位表示); (R) ——再现性[以百分数表示(代表的是相对百分数,即百分数之百分数)]。								

A.2 重复性

本试验方法对于每种材料的重复性 r 已确定为表 A.2 列出的合适值。当两个单独试验结果之差大于 r 值时,应视为可疑,建议进行适当的研究分析。

A.3 再现性

本试验方法对于每种材料的再现性 R 已确定为表 A.2 列出的合适值。当两个单独试验结果之差大于 R 值时,应视为可疑,建议进行适当的研究分析。

参 考 文 献

- [1] ISO/TR 9272 Rubber and rubber products—Determination of precision for test method standards
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
天然生胶 技术分级橡胶(TSR)凝胶
含量的测定

GB/T 37498—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年6月第一版

*

书号: 155066 • 1-62652

版权专有 侵权必究



GB/T 37498—2019