|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 83.060 |
| CCS | B 72 |

|  |
| --- |
| NY |

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1527—XXXX

代替 NY/T 1527-2007

天然生胶 水溶物含量的测定

Raw，natural rubber-Determination of water solubles content

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

（本草案完成时间：2023.08.20）

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国农业部  发布

目次

[前言 III](#_Toc143677183)

[1 范围 4](#_Toc143677184)

[2 规范性引用文件 4](#_Toc143677185)

[3 术语和定义 4](#_Toc143677186)

[4 原理 4](#_Toc143677191)

[5 试剂与材料 4](#_Toc143677192)

[6 仪器 4](#_Toc143677195)

[7 试验步骤 5](#_Toc143677199)

[8 结果表示 5](#_Toc143677205)

[9 精密度 5](#_Toc143677206)

[10 试验报告 5](#_Toc143677207)

[附录A（资料性） 精密度 7](#_Toc143677208)

[参考文献 8](#_Toc143677211)

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：

1. 更改了原理(见第4章，2007 年版的第4章)；
2. 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版第6章第6.2条）；
3. 删除了 “电热干燥箱,能在(70士2)℃下恒温”（见第6章，见2007版第6章第6.3条）；
4. 增加了 “鼓风干燥箱，温度可控制在100℃±5 ℃”（见6.3）；
5. 更改了试验步骤方法（见第7章，2007年版的第7章）；
6. 增加了规范性引用文件ISO 1795（见7.1）；
7. 增加了规范性引用文件GB/T 24131.1（见7.3、7.5）；
8. 更改了计算公式（见第8章，2007年版的第8章）；
9. 增加了精密度（见第9章、附录A）
10. 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。

* 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 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

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。



水溶物 water solubles

天然生胶中能溶于水的物质的总称。



水溶物含量 water solubles content

天然生胶中水溶物的质量分数。

* 1. 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。

* 1. 试剂与材料
     1. 水，符合GB/T 6682，三级以上。
     2. 定性滤纸，符合GB/T 1914的规定。
  2. 仪器

实验室常规仪器与设备。

* + 1. 恒温水浴锅，能控制水温在100 ℃±5 ℃。
    2. 分析天平，精度为0.1 mg。
    3. 鼓风干燥箱，温度可控制在105 ℃±5 ℃。
  1. 试验步骤

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。

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m0，将称取后的试样置于已知质量称量皿中。

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 ℃±5 ℃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 ℃±5 ℃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m1,定性滤纸（5.2）质量为m2， 精确到0.1 mg。

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。

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 ℃±5 ℃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 ℃±5 ℃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m3,定性滤纸的质量为m4，精确到0.1 mg。

* 1. 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：

()

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）。

* 1. 精密度

见附录A。

* 1. 试验报告

试验报告应包括下列内容：

1. 本文件的编号；
2. 识别样品所需的全部细节；
3. 所用设备名称及型号；
4. 试验结果及其表示单位；
5. 试验期间出现的异常现象；
6. 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；
7. 试验日期。
9. （资料性）  
   精密度
   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。

* 1. 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。

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A.1所列的日内重复性。
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A.1所列的日间重复性。
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 |
| *sr*——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

1