**GB/T 3517-202X《天然生胶 塑性保持率(PRI)的测定》**

**（征求意见稿）编制说明**

1. 简况
   1. 任务来源

根据国标委发[2019] 40号文件“国家标准化管理委员会关于下达2019年第四批推荐性国家标准计划的通知”，国家标准修订项目第336号《天然生胶塑性保持率(PRI)的测定》（项目编号20194359-T-606），对GB/T 3517-2014《天然生胶塑性保持率(PRI)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（SAC/TC 35/SC 8）归口，中国热带农业科学院农产品加工研究所负责起草，完成期限至2021年12月。

* 1. 修订本标准的意义

天然橡胶是一种重要的工程材料和战略物资，广泛应用于国防建设、航天航空、工农业、医疗卫生等领域。我国是天然橡胶生产大国，年产天然橡胶87万吨，橡胶树种植面积和产胶量居世界第五位。我国同时也是天然橡胶消费大国，年消耗天然橡胶400多万吨，绝大部分依赖进口。天然橡胶是通过橡胶树生物合成的高分子材料，与合成橡胶相比，橡胶树生长和天然胶乳生物合成过程很容易受种植因素影响而导致天然橡胶质量发生变异，从而影响下游企业生产工艺和产品质量控制。因此，天然橡胶的质量问题一直是橡胶制品行业最关注的问题之一。近年来，随着我国全面推广乙烯利刺激采胶技术，天然胶乳的采胶周期由以前的每天一次改为七天一次。与此同时，我国天然橡胶初加工模式也发生了很大变化，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，使天然橡胶的质量问题更加突出，杂质含量、门尼黏度、华莱士塑性初值和塑性保持率等技术指标都存在较大的波动性，直接影响下游橡胶制品生产工艺控制。进口天然橡胶，特别是来源于新兴产胶国（如越南、老挝、柬埔寨等）的天然橡胶同样出现类似问题。因此，完善天然橡胶质量检测标准，对于加强天然橡胶质量管理至关重要。

塑性保持率（PRI）是天然橡胶抗氧老化性能的量度，直接影响橡胶制品的配方设计和使用寿命，是评价天然橡胶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1975年首次发布了ISO 2930：1975《天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定》。随后，分别于1981年、1995年、2009年和2017年对其进行了4次修订。这充分说明了ISO/TC45对天然橡胶塑性保持率测定的重视程度。我国于1983年首次采用ISO 2930：1975《天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定》制订了GB/T 3517-1983《天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定》。1992年、2002年和2014年又分别修改采用ISO 2930：1981、ISO 2930：1995和ISO 2930：2009对GB/T 3517《天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定》进行了修订。

塑性保持率是GB/T 8081《天然生胶技术分级橡胶规格》的技术指标之一。因此，GB/T 3517《天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定》在天然橡胶标准体系中具有不可或缺的作用。鉴于ISO/TC45于2017年再次对ISO 2930进行了修订，并且修改的幅度较大，有必要及时对GB/T 3517《天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定》进行修订，以便使GB/T 3517与ISO 2930保持一致。

在此以前，我国一直都是“修改采用”ISO 2930相应版本制定或修订GB/T 3517。修改采用ISO 2930的主要原因是我国专家认为ISO 2930所规定的老化操作程序会导致华莱士老化箱温度控制出现波动，影响试样的老化程度，从而影响塑性保持率的测定结果。与上一版本相比，ISO 2930：2017对老化操作程序进行了修订，取样和匀样方法出现了较大变化。为了使国标GB/T 3517与ISO 2930在技术内容方面保持一致，GB/T 3517修订工作组经过反复调研和讨论，确定修改采用ISO 2930：2017对GB/T 3517-2014《天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定》进行修订。

与前一版本相比，ISO 2930：2017主要修订的技术内容包括：（1）修改了前言；（2）范围部分增加了“PRI不是一个绝对值，对于不同的天然橡胶热氧老化后的塑性值无法给出绝对的分级”，更加严谨地描述了PRI的适用范围；（3）更新了规范性引用文件；（4）增加了术语和定义；（5）仪器部分的老化箱（5.5）的温度精度由±0.2℃修改为±0.5℃。放入样品后在2 min内老化箱温度回升至设定温度的1℃以内，改为5 min内老化箱温度回升至设定温度的1℃以内；（6）操作程序增加了换气操作的备选方案，并增加了关于换气操作的附录；（7）简化了铝制碟与托盘的规定；（8）烟纸的规格由22g/m2改为22g/m2~26g/m2；（9）对老化操作部分进行了修改，专门强调了确保老化箱温度达到设定温度以后计算起始老化时间。而上一版本基本上将关闭老化箱门即作为起始老化时间；（10）对试验报告的内容进行了修改；（11）增加了关于换气操作的附录A。上一版本关于精密度说明的附录A顺延为附录B，并根据最新的试验结果，更新了精密度数据。

通过以上技术修订，使天然橡胶塑性保持率的测定更加规范、可靠，有利于天然橡胶初加工企业控制产品质量，保持天然橡胶的品质一致，更为下游企业提供了更可靠的工艺数据。

1.3 主要工作过程

2020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。

我们注意到ISO 2930：2017的样品制备操作程序是以“未注日期引用文件的方式”直接引用ISO 1795。也就是说ISO 1795的最新版本——即ISO 1795：2017适用于ISO 2930：2017。同样，GB/T 3517-2014的样品制备操作程序也是以“未注日期引用文件的方式”直接引用我国等同采用ISO1795制/修订的GB/T 15340。然而，GB/T 15340的最新版本GB/T 15340-2008是等同采用ISO 1795：2000进行修订的。由于ISO 1795：2000经过2007年的第4次修订后，于2017年再次进行了第5次修订，导致GB/T 15340-2008和ISO 1795：2017之间存在较大差异。目前，GB/T 15340—2008仍然没有修订，并且也没有确定具体修订时间。本次修订GB/T 3517-2014时，如果继续采用GB/T 15340，必然造成样品制备方法的混乱。为此，我们决定取样和制样方法直接引用ISO 1795的最新版本，从而确保GB/T 3517与ISO 2930保持一致。

鉴于ISO 1795：2017对匀样方法有新规定，并且与ISO 1795：2000（即GB/T 15340：2008）的匀样方法相比有较大变动，为验证GB/T 15340—2018 与ISO 2930：2017这两种不同匀样方法的试验结果是否存在差异，本次修订主要针对匀样方法进行了比对试验。

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/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](http://std.samr.gov.cn/gb/search/gbDetailed?id=B4C25880C47F1CB3E05397BE0A0A92D0)》的规定编制，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。

2.2文件中主要修订技术内容的确定

2.2.1关于修改适用范围的说明

天然生胶的塑性保持率仅仅是样品在规定条件下老化一段时间前后塑性值的比值。样品本身的塑性初值（P0）对塑性保持率有很大影响。例如，一些初加工企业在湿凝胶干燥过程中，往往会加入风干剂，这会导致生胶的塑性保持率上升。同样，从一些品系幼龄橡胶树采集到的天然生胶具有较高的塑性保持率，是塑性初值（P0）较低的结果，并不意味着其抗氧老化性能有所提高。鉴于这种情况，本次修订在适用范围增加了“PRI不是一个绝对值，对于不同的天然橡胶热氧老化后的塑性值无法给出绝对的分级”。

2.2.2关于规范性引用文件的说明

为了确保GB/T 3517与ISO 2930保持一致，本次修订将规范性引用文件中GB/T15340更改为ISO 1795。另外，更改了GB/T 3510为不注日期的引用文件。

2.2.3关于增加术语和定义的说明

无论是ISO 2930，还是GB/T 3517，历次版本都没有对天然生胶塑性值和塑性保持率进行准确定义。另外，GB/T 1.1-2020也明确规定方法标准应包含术语和定义。即便是“没有特别需要界定的术语和定义”，也要进行描述。为此，本次修订增加了第3章术语和定义。

2.2.5关于试样老化操作的说明

ISO 2930上一版本规定“托盘、碟和试样放入老化箱后，在2min内，让老化箱内温度回升到140℃±0.5℃”。很多情况下，采用华莱士老化箱是很难在2min内使老化箱内温度回升到140℃±0.5℃。为了便于老化条件控制一致，将“托盘、碟和试样放入老化箱后老化箱内温度回升到140℃的时间延长至5min内，并且控制温度波动范围0.5℃扩大至1℃。

另外，本次修订在“每小时更换空气10次”的基础上增加了“可供选择的老化箱的空气挡板设置方式”。

2.2.6关于塑性值测定过程使用的垫纸的说明

在ISO 2930历次版本中，针对垫纸都规定了一种“TST”烟纸作为可选择的垫纸。然而，同样属于天然橡胶标准体系并且与ISO 2930密切相关的ISO 2007并没有这一规定。也正是基于这个理由，GB/T 3517-2014删除了关于“TST”烟纸作为垫纸的规定。而本次调研发现，我国几乎所有单位在应用GB/T 3517-2014的时候，仍然采用“TST”烟纸作为垫纸。为此，本次修订又在上一版本的基础上增加“TST”烟纸作为可选择的垫纸。并且将烟纸的规格由22g/m2改为22g/m2~26g/m2。

2.2.7关于试样的制备

本标准的上一版本在试样的制备部分说明了胶片样品过辊两次后单层厚度约1.7mm，然而，在实际制样过程中，过辊后需立即将胶片对折，因此，一般不会测定单层胶片的厚度，而是测定对折后的胶片厚度。为了使试样的制备过程更加清晰明了，避免产生歧义，本标准对这部分的文字描述进行了更改。另外，为了使试验结果更加可靠，切取试样后，所取样品厚度由原来的3.4mm±0.4mm更改为3.4mm±0.2mm。

2.2.8关于删除“试样老化操作程序中预热托盘和铝碟”的说明

GB/T 3517上一版对老化箱温度回升有严格规定。主要的原因是未经预热的托盘和铝碟放入老化箱后，导致老化箱温度出现较大波动，影响试验结果。鉴于ISO 2930放宽了老化箱温度的控制要求，无需预热托盘和铝碟，也不会造成老化箱温度超出规定的波动范围外。为此。本次修订删除了试样老化操作程序中预热托盘和铝碟的规定。

2.2.8关于老化后样品测试时间的修改说明

本文件上一版本GB/T 3517-2014规定“应在老化后0.5h-2h内完成所有测定”。该表述有可能使试验人员错误理解为“在0.5h内完成老化后试样塑性值的测试”。为此，本次修订将原文改为“正常情况下，应在老化后至少0.5h以后进行塑性值的测定，但不超过2h，前提条件是测试前应使试样冷却到室温”。

2.2.9关于老化箱换气的规定

本文件规定了三种不同的老化箱空气挡板设置方式作为老化箱换气操作的备选操作。由于老化箱空气挡板设置方式并不是必选操作，因此，本文件采用资料性附录进行描述。

2.2.10关于修改精密度数据的说明

ISO 2930：2017在修订过程中，重新制备了样品，并邀请12家实验室开展了精密度验证试验，得出了新的精密度数据。本次修订采用ISO 2930：017对GB/T 3517进行修订，也对精密度数据进行了修改。

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

2020年10月，工作小组制备了4个不同塑性保持率的天然生胶样品，同时邀请上海海关工业品与原材料检测中心、中策橡胶集团有限公司、云南省天然橡胶及咖啡产品质量监督检验站、高特威尔科学仪器（青岛）有限公司、农业农村部绿色食品监督检验中心（湛江）等五家机构测试了两种不同匀样方法所得试样的塑性保持率。为了考察两种制样方法下测得的塑性保持率值是否存在差异，采用t检验对所得到的结果进行分析，5家检测机构测得的四种材料PRI平均值和p值如表1所示，四个样品中的每一个样品，基于α=0.05的显著性水平对两种制样方法下的结果进行分析，样品1和样品3 在两种制样方法下的结果存在显著差异，而样品2和样品4在两种制样方法下的结果无显著差异。导致四个样品显著性不同的原因，首先，是国家标准制样方法规定样品均匀化时辊温较高，且过辊次数较国际标准规定的次数多，这就使制样过程存在更多的不稳定性，其次，各检测单位所使用的检测仪器可能也存在差异。根据5家检测单位使用ISO 2930：2017的匀样方法的试验数据，进行了实验室内重复性及实验室间再现性的精密度计算，结果如表2所示。不同检测机构的测定结果虽然存在差异，但都符合ISO2930:2017有关精密度的规定。

表1 不同匀样方法比对试验PRI结果及显著性分析

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 样品1 | | 样品2 | | 样品3 | | 样品4 | |
| 检测单位 | ISO 1795:2017 | GB/T 15340-2008 | ISO 1795:2017 | GB/T  15340-2008 | ISO 1795:2017 | GB/T 15340-2008 | ISO 1795:2017 | GB/T 15340-2008 |
| 1 | 62 | 64 | 79 | 76 | 47 | 57 | 64 | 61 |
| 2 | 61 | 65 | 77 | 75 | 56 | 59 | 64 | 65 |
| 3 | 60 | 62 | 71 | 74 | 51 | 59 | 60 | 64 |
| 4 | 62 | 65 | 71 | 75 | 49 | 55 | 60 | 63 |
| 5 | 61 | 62 | 73 | 72 | 54 | 57 | 64 | 64 |
| 平均值 | 61 | 64 | 75 | 74 | 51 | 57 | 62 | 63 |
| *p*值 | 0.0147 | | 0.9124 | | 0.0102 | | 0.4257 | |
| 显著性差异 | \* | |  | | \* | |  | |

表2塑性保持率（PRI）的精密度

| 材料 | PRI平均值 | 实验室内 | | | 实验室间 | | | 实验室数量 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Sr | r | （r） | SR | R | （R） |
| 样品1 | 61 | 1.31 | 3.71 | 6.05 | 1.58 | 4.50 | 6.05 | 5 |
| 样品2 | 75 | 1.08 | 3.05 | 4.09 | 3.73 | 10.54 | 14.14 | 5 |
| 样品3 | 51 | 1.45 | 4.10 | 8.00 | 3.68 | 10.40 | 20.30 | 5 |
| 样品4 | 62 | 1.97 | 5.59 | 8.98 | 2.81 | 7.96 | 12.80 | 5 |
| Sr 实验室内标准差（以测量单位表示）；  r 重复性（以测量单位表示）；  （r） 重复性（以平均值的百分数表示）；  SR 实验室间标准差（以测量单位表示）；  R 再现性（以测量单位表示）；  （R） 再现性（以平均值的百分数表示）。 | | | | | | | | |

3.2技术经济论证和预期的经济效果

本次标准修订将使我国天然橡胶塑性保持率的测定国家标准的技术内容更加规范，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

本文件修改采用ISO 2930:2017 《天然生胶 塑性保持率（PRI）的测定》, 与ISO 2930：2017相比存在技术性差异，技术性差异及其原因如下：

（1）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：

• 用修改采用国际标准的GB/T 6038代替了ISO 2393；

• 用等同采用国际标准的GB/T 3510代替了ISO 2007；

• 用等同采用国际标准的GB/T 2941代替了ISO 23529；

（2）将ISO/TR 9272改为GB/T 14838（见附录B.1），因为ISO/TR 9272无现行有效版本。

本文件修改采用现行的国际标准ISO 2930:2017，具有国际水平。

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

建议自本标准实施日起，废止GB/T 3517—2014。

10. 其它应予说明的事项

无。

《天然生胶塑性保持率(PRI)的测定》修订小组

2021年9月13日