



中华人民共和国国家标准

GB/T 3517—2022

代替 GB/T 3517—2014

天然生胶 塑性保持率(PRI)的测定

Rubber, raw natural—Determination of plasticity retention index (PRI)

(ISO 2930:2017, MOD)

2022-10-12 发布

2022-10-12 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	Ⅲ
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 仪器	2
6 操作程序	2
7 结果表示	3
8 精密度	3
9 试验报告	3
附录 A (资料性) PRI 测定老化箱的换气	4
附录 B (资料性) 关于塑性保持率精密度的说明	6
参考文献	8

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 GB/T 3517—2014《天然生胶 塑性保持率(PRI)的测定》，与 GB/T 3517—2014 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了范围(见第1章,2014年版的第1章)；
- b) 增加了“术语和定义”一章(见第3章)；
- c) 更改了规范性引用文件,将 GB/T 3510 更改为不注日期的引用文件(见第4章、5.1、5.2、5.7、6.1、6.3,2014年版的4.7)；
- d) 更改了老化箱的要求(见5.5,2014年版的4.5)；
- e) 更改了轻质铝碟和托盘的规定(见5.6,2014年版的4.6)；
- f) 增加了烟纸的要求(见5.7,2014年版的4.7)；
- g) 更改了试样的制备部分文字表述和试样的厚度范围(见6.1,2014年版的5.1)；
- h) 删除了关于对托盘和铝碟进行预热的规定(见2014年版的5.2)；
- i) 更改了老化操作中开始计时的规定(见6.2,2014年版的5.2)；
- j) 更改了老化后试验的测定时间的规定(见6.3,2014年版的5.3)；
- k) 更改了试验报告(见第9章,2014年版的第8章)。

本文件修改采用 ISO 2930:2017《天然生胶 塑性保持率(PRI)的测定》。

本文件与 ISO 2930:2017 的技术差异及其原因如下：

- 增加了文件的适用界限(见第1章),以符合 GB/T 1.1—2020 的要求；
- 用 GB/T 2941—2006 替换了 ISO 23529:2016(见6.3),以适应我国对橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序的要求；
- 用 GB/T 3510 替换了 ISO 2007(见第4章、5.1、5.2、5.7、6.1、6.3),以适应我国对使用快速塑性计法测定塑性的要求；
- 用 GB/T 6038 替换了 ISO 2393(见5.4),以适应我国对橡胶试验胶料配料、混炼和硫化设备及操作程序的要求；
- 将对“轻质铝碟和托盘”的规定由建议改为要求(见5.6,ISO 2930:2017 的5.6),以满足老化试验要求；
- 用 GB/T 15340 替换了 ISO 1795(见6.1),以适应我国对天然生胶取样和样品制备的要求。

本文件做了下列编辑性改动：

- 将公式的符号修改为国内惯用的符号(见第7章,ISO 2930:2017 的第7章)；
- 将参考文献 ISO/TR 9272 更改为 GB/T 14838(见B.1,ISO 2930:2017 的B.1),因为 ISO/TR 9272 无现行有效版本。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由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。

本文件起草单位：中国热带农业科学院农产品加工研究所、高特威尔科学仪器(青岛)有限公司、

中策橡胶集团股份有限公司、云南省天然橡胶及咖啡产品质量监督检验站。

本文件主要起草人：刘宏超、余和平、王鹏、郇坚、于龙、卢光、王启方、刘立、王奎、张江梅。

本文件于 1983 年首次发布，1992 年第一次修订，2002 年第二次修订，2014 年第三次修订，本次为第四次修订。



天然生胶 塑性保持率(PRI)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应的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了测定天然生胶塑性保持率(PRI)的方法。

PRI 是天然生胶耐热氧老化的量度,数值越高表明耐热氧老化性能越好。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。

本文件适用于天然生胶 PRI 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 2941—2006 橡胶物理试验方法试样制备和调节通用程序(ISO 23529:2004,IDT)

GB/T 3510 未硫化胶 塑性的测定 快速塑性计法(GB/T 3510—2006,ISO 2007:1997,IDT)

GB/T 6038 橡胶试验胶料 配料、混炼和硫化 设备及操作程序(GB/T 6038—2006,ISO 2393:1994,MOD)

GB/T 15340 天然、合成生胶取样及其制样方法(GB/T 15340—2008,ISO 1795:2000,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

ISO 和 IEC 设立术语数据库,以供标准化之用,网站如下:

——IEC 电工百科(Electropedia):见 <http://www.electropedia.org/>

——ISO 在线浏览平台(ISO online browsing platform):见 <http://www.iso.org/obp>

3.1

塑性值 **plasticity number**

在规定的压力、时间和温度条件下,以试样发生形变后的厚度作为塑性的量度。

3.2

塑性保持率 **plasticity retention index; PRI**

试样在 140 ℃ 的热空气中老化 30 min 后的塑性值(3.1)与老化前的塑性值(3.1)之比。

4 原理

使用带有一个直径为 10 mm 压头的平行板式塑性计,按 GB/T 3510 规定的操作程序,测定未老化试样和在 140 ℃ 老化箱内加热老化 30 min 后试样的快速塑性值。

PRI 是试样加热老化后快速塑性值(P_{30})与未老化快速塑性值(P_0)之比乘以 100。

5 仪器

5.1 平行板式塑性计,符合 GB/T 3510 的规定,带有一个直径 10 mm 的压头。

5.2 裁片机,符合 GB/T 3510 的规定,能将厚度约 3 mm 的胶片冲切出直径约 13 mm 的圆片,以制备试样。

5.3 厚度计,具有分度单位为 0.01 mm 的刻度盘,装有直径约 10 mm 的平面触头,操作压力为 (20 ± 3) kPa。

5.4 实验室开放式炼胶机,符合 GB/T 6038 的规定,具备以下特性:

- 辊筒直径: 150 mm~250 mm
- 后(快)辊筒线速度: (14.6 ± 0.5) m/min
- 辊筒速比: 1:1.4
- 辊筒温度: (27 ± 3) °C
- 挡板间的辊筒长度: (265 ± 15) mm

5.5 老化箱,在 140 °C 下满足以下要求:

- 30 min 的时间段内,试样附近的温度应控制在 ± 0.5 °C 以内;
- 托盘和碟放入老化箱后,老化箱的温度恢复,托盘和碟的温度应在 5 min 内回升到设定温度的 1 °C 之内;
- 每小时应换气 10 次,或者将老化箱的空气挡板设置成半开放。

注:换气次数的附加信息见附录 A。

5.6 轻质铝碟和托盘,具低热容量。

铝碟和托盘的尺寸应适合老化箱的尺寸。

5.7 薄纸,符合 GB/T 3510 的规定,或 $22 \text{ g/m}^2 \sim 26 \text{ g/m}^2$ 的烟纸,裁成大小相等的两片(约 $30 \text{ mm} \times 45 \text{ mm}$)。

6 操作程序

6.1 试样的制备

按 GB/T 15340 的规定对生胶进行均匀化。从均匀化的胶片中取 (20 ± 2) g 试料,并在 (27 ± 3) °C 下通过炼胶机(5.4)辊筒 2 次(过辊时将胶片对折)。然后,立即将质地均匀没有孔洞的胶片对折,将两部分紧密地压在一起形成平滑的胶片,避免形成气泡。过辊时,应适当调节辊距,使对折后胶片的最终厚度为 (3.4 ± 0.2) mm。

为了使较硬的橡胶得到平滑的胶片,有必要过辊 3 次。如果是这种情况,应在试验报告里写明。

按 GB/T 3510 的规定,用裁片机(5.2)从对折的胶片上切取试样,用厚度计(5.3)测量其厚度,取 6 个厚度为 (3.4 ± 0.2) mm 的试样。随机等分为 2 组,一组用于测定老化前的塑性值,另一组用于老化后试验,测定老化后的塑性值。

由于试样的厚度对 PRI 有影响,因此,应按上述规定制备试样。所要求的辊距应根据预先试验进行确定。不同的橡胶和炼胶机,所要求的辊距可能不同。如果不能得到 6 个符合上述规定厚度的试样,应重新制备一块对折的胶片。

6.2 老化

老化开始之前,检查老化箱(5.5)的温度,确保温度至少稳定 5 min。

为保证所有的试样在准确的温度中老化,老化箱不应超载,否则会引起老化箱温度明显下降,并破

坏老化箱温度的均匀性(5.5)。

将准备做老化试验的一组试样放在托盘上的铝碟中。迅速把装有试样的托盘(5.6)放入老化箱中,关闭老化箱门。当老化箱温度达到 $(140 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 时开始计时。应小心操作,确保把铝碟和托盘放置于老化箱中校准的温度区域。检查老化箱是否迅速地恢复并保持其规定的温度(5.5)。

$(30 \pm 0.25)\text{min}$ 之后,从老化箱中取出托盘,从托盘上拿下铝碟,自然冷却到标准实验室温度。

6.3 塑性值的测定

按 GB/T 3510 的规定,使用 5.1 规定的带 10 mm 压头的平行板式塑性计测定试样的快速塑性值,进行 3 次平行测定。先测未老化试样的快速塑性值(P_0),再测老化后试样的快速塑性值(P_{30})。

实验室温度应符合 GB/T 2941—2006 中 3.1 的规定。

正常情况下,应在老化后至少 0.5 h 以后进行塑性值的测定,但不超过 2 h,前提条件是测试前使试样冷却到标准实验室温度。采用同一类型的薄纸测定未老化试样的快速塑性值(P_0)和老化后试样的快速塑性值(P_{30})。快速塑性值读数应精确至 0.5 个单位(1 个单位相当于 $10\ \mu\text{m}$)。

7 结果表示

取 3 个未老化试样和 3 个老化后试样的快速塑性值的中值,按式(1)计算塑性保持率(PRI):

$$\text{PRI} = \frac{P_{30}}{P_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

P_{30} ——老化后试样的快速塑性值;

P_0 ——未老化试样的快速塑性值。

将结果修约至整数。

8 精密度

见附录 B。

9 试验报告

试验报告应包括以下信息:

- a) 本文件编号;
- b) 标识样品所需要的全部细节;
- c) 每个样品未老化试样和老化后试样的快速塑性值的中值;
- d) 每个样品的 PRI;
- e) 试验日期;
- f) 不包括在本文件或规范性引用文件中的任何操作,以及被认为是可选择的任何操作。

附 录 A
(资料性)
PRI 测定老化箱的换气

A.1 背景

老化箱的换气是 PRI 测定中需要控制的条件之一。热空气最佳地流动能确保热量良好分布,并保证样品老化均匀。2016 年,采用 ISO 2930 中所述的程序开展了一项研究,确定了现有的针对空气流动要求的备选方案。此项研究的主要目的是为使用者在控制老化箱换气操作时,提供一个实用的选项。

此项研究采用了 4 种具有不同塑性保持率的材料。试验结果取 2 d 内 10 次重复测定结果的平均值。每次重复测定,都取 3 个未老化试样和 3 个老化后试样结果的中值。

作为每小时换气 10 次的备选方案,共研究了 3 个条件。老化箱空气挡板的开口位置如下:

- a) 全关闭;
- b) 全开放;
- c) 半开放。

然后将上述每种条件下获得的结果与 10 次换气得到的结果进行比较。采用 t 检验对所得结果进行分析,以确定这些条件与它们的平均 PRI 值之间是否存在显著差异。

A.2 结果

A.2.1 总则

表 A.1 给出了针对 4 种试验材料中的每一种材料,在每一种挡板条件下,基于 $\alpha=0.05$ 的显著性水平对每小时换气 10 次的结果进行分析的 p 值以及每一种烘箱换气条件下的 PRI 的平均值。

老化箱空气挡板为半开放状态下的结果与每小时 10 次换气的结果相当。这两种条件下的结果与 PRI 平均值之间无显著差异。

A.2.2 和 A.2.3 给出了使用 p 值和 α 水平的一般性描述。

表 A.1 老化箱换气条件控制中 PRI 平均值与 p 值

材料	老化箱换气要求						
	每小时换气 10 次	老化箱空气挡板状态					
		全关闭		全开放		半开放	
		PRI 平均值	p 值	PRI 平均值	p 值	PRI 平均值	p 值
C	61	53	0.013 3	55	1.98×10^{-5}	61	0.131 0
D	68	62	0.012 5	64	9.67×10^{-8}	69	0.664 8
E	61	55	0.031 8	57	1.04×10^{-5}	62	0.327 6
F	70	63	0.026 7	65	4.04×10^{-4}	68	0.382 8

A.2.2 p 值

p 值是当零假设成立时的概率。如果 p 值小于(或等于) α ,则否定零假设而支持备择假设。然而,当 p 值大于 α ,则不拒绝零假设。

零假设是指特定样品群之间没有显著差异的假设。

备择假设是假设检验中与零假设对立的假设。

A.2.3 水平

α 水平是当零假设成立时拒绝零假设的概率。 α 水平在假设检验中也称为显著性水平。



附 录 B
(资料性)

关于塑性保持率精密度的说明

B.1 背景

根据 GB/T 14838 规定的操作程序和指引,进行了一项实验室间试验方案(ITP),以确定本文件规定的测定方法的精密度。

本次 ITP 采用了两种具有不同塑性保持率的材料。

12 间实验室参与了本次 ITP,并确定了 I 型精密度。分两天进行试验,取每一天 5 个重复测定的平均值计算精密度(每个测试日计算一个精密度)。对于每次重复测定,取 3 个未老化试样和 3 个老化试样试验结果的中值。

本次 ITP 所得到的精密度结果不宜作为评判任何一组材料或产品接受或拒收的依据,除非有特别说明本次 ITP 得到的结果确实适用于这些材料。

B.2 精密度结果

B.2.1 总则

表 B.1 为两种材料的精密度结果。B.2.2 和 B.2.3 给出了使用这些精密度结果的一般性描述,包括绝对精密度 r 和 R ,以及相对精密度 (r) 和 (R) 。

表 B.1 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
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)	
A	76	0.78	2.22	2.91	1.99	5.64	7.39	12
B	81	0.79	2.23	2.76	1.77	5.01	6.21	12

S_r ——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);

S_R ——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)。

B.2.2 重复性

表 B.1 给出了每一种材料的重复性(局部试验区域精密度)。在正确使用本文件的条件下,同一实验室所获得的两个独立的试验结果(平均值)之差大于 r 值(以测量单位表示)和 (r) (以百分数表示)宜视为可疑,即来自不同的样品群。建议进行适当的研究分析。

B.2.3 再现性

表 B.1 中给出了每一种材料的再现性(全局试验区域精密度)。在正确使用本文件条件下,不同实

验室所获得的两个独立的试验结果(平均值)之差大于 R 值(以测量单位表示)和 (R) (以百分数表示)宜视为可疑,即来自不同的样品群。建议进行适当的研究分析。

B.2.4 偏倚

偏倚是试验结果平均值与受测性能的参照值(即真值)之差。本试验方法不存在参照值,所以无法确定本试验方法的偏倚。



参 考 文 献

- [1] GB/T 14838 橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定
 - [2] ISO 2930 Rubber, raw natural—Determination of plasticity redention index (PRI)
-

