

ICS 83.140.99
G 44

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5644~5645—2019

乳胶枕头和胶乳防氡手套 (2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5644—2019	乳胶枕头	(1)
HG/T 5645—2019	胶乳防氟手套	(27)

ICS 83.140.99
G 44

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5644—2019

乳 胶 枕 头

Latex pillow

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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胶乳制品分技术委员会（SAC/TC35/SC4）归口。

本标准起草单位：温州嘉泰乳胶制品有限公司、江苏金世缘乳胶制品股份有限公司、温州嘉博乳胶制品有限公司、温州佳盛乳胶制品有限公司、温州隆亨乳胶制品有限公司、温州迈德菲家居有限公司、温州鑫时利乳胶制品有限公司、国珍健康科技（北京）有限公司、海南天然橡胶产业集团股份有限公司、中胶永生东南亚乳胶制品股份有限公司、西双版纳州质量技术监督综合检测中心、江苏爱德福乳胶制品有限公司、温州臻荣乳胶制品有限公司、温州赛达乳胶制品有限公司、温州创康家居用品有限公司、温州市卡美琳乳胶制品有限公司、温州诚晟乳胶制品有限公司、瑞安市赛宝乳胶科技有限公司、温州奔泰乳胶制品有限公司、温州市明晟家居用品有限公司、温州宝旭乳胶制品有限公司、温州超泰乳胶制品有限公司、中国热带农业科学院橡胶研究所、上海质量监督检验技术研究院、通标标准技术服务（上海）有限公司、国家乳胶制品质量监督检验中心、东莞市东安新材料有限公司、佛山市酷嘉工艺家具有限公司、中国化工株洲橡胶研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：郑崇钱、陈乐、邓巧华、赵云飞、曾文海、罗廷飞、曾体鹄、杨烽、林友金、许建永、洪威、周仕游、贾晓武、马继明、李爱民、张莹、丁爱武、李建斌、柴苹、庄晓亮、金美申、董仪贤、周跃、徐振坤、彭茂旦、伍洪国、陈余登、彭雪弟、贾道瑞、贾道熙、桂红星、杜英英、郝晓红、王凤平、郑三阳、唐蜜蜜、黄卫华、樊兴海、邓一志、王金英。

乳胶枕头

1 范围

本标准规定了乳胶枕头的要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、运输与贮存。

本标准适用于由天然胶乳、合成胶乳或由天然胶乳与合成胶乳两者并用的混合胶乳加入配合剂经发泡、硫化等工艺制备的乳胶枕芯与枕套组成的乳胶枕头（以下简称“枕头”）。

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 2828.1 计数抽样检验程序 第1部分：按接收质量限（AQL）检索的逐批检验抽样计划

GB/T 3516—2006 橡胶 溶剂抽出物的测定

GB/T 4498.1—2013 橡胶 灰分的测定 第1部分：马弗炉法

GB/T 6040—2002 红外光谱分析方法通则

GB/T 7764—2017 橡胶鉴定 红外光谱法

GB/T 10807—2006 软质泡沫聚合材料 硬度的测定（压陷法）

GB 18401—2010 国家纺织产品基本安全技术规范

GB 18587 室内装饰装修材料 地毯、地毯衬垫及地毯胶粘剂有害物质释放限量

GB/T 24153—2009 橡胶及弹性体材料 N-亚硝基胺的测定

GB/T 33047.1—2016 塑料 聚合物热重法（TG） 第1部分：通则

GB/T 33324 胶乳制品中重金属含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

HG/T 3054 胶乳海绵线性尺寸的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

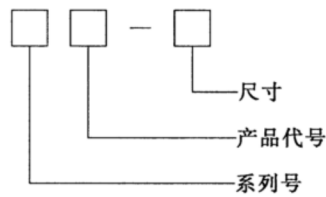
乳胶枕头 latex pillow

由枕套和枕芯组成。枕套是以针织面料为主制作的外套；枕芯是由天然胶乳、合成胶乳或由天然胶乳与合成胶乳两者并用的混合胶乳加入配合剂经发泡、硫化等工艺制备而成的内芯。

4 分类与型号

枕头按用途分为睡枕、抱枕、靠枕、婴幼儿枕。

型号由枕头系列号、产品代号与尺寸表示（见示例）。



示例：

SZ—L×W×H

系列号——S表示睡枕系列，B表示抱枕系列，K表示靠枕系列，Y表示婴幼儿枕系列；

Z——表示产品代号；

L×W×H——表示产品尺寸：长度×宽度×高度。

5 要求

5.1 材料

5.1.1 枕套

用于制作枕头的枕套应符合 GB 18401—2010 中 B 类要求的规定。用于制作婴幼儿枕头的枕套应符合 GB 18401—2010 中 A 类要求的规定。

5.1.2 枕芯

用于制造乳胶枕芯的主要材料为天然胶乳、合成胶乳或天然胶乳与合成胶乳两者并用的混合胶乳。A 类枕芯为纯天然乳胶枕芯，其中天然胶乳成分（不含任何合成胶乳）含量应不低于 88%；B 类枕芯为天然胶乳与合成胶乳两者并用；C 类枕芯为合成胶乳。

5.2 外观

枕头外观应符合表 1 的规定。

表 1 外观

部位	项 目	要 求
枕套	色泽	单个无明显色差。
	孔洞	不应有孔洞。
	缝迹	跳针、浮针、漏针、脱线 1 针/处，每件产品应不超过 3 处，针迹偏斜应不大于 0.5 cm/20 cm。
	缝纫	缝迹轨迹应匀、直、牢固，嵌线、卷边、拼缝平服齐直，宽狭一致，不露毛，面（里）料缝制错位小于 1 cm，按针套正缝合 1 cm 以上固定缝制，起止处应打回针； 针迹密度：平缝 ≥ 8 针/3 cm，包缝 ≥ 7 针/3 cm； 外套尺寸、弧度应与枕芯尺寸、弧度基本相符。
	绗缝	缝迹流畅、平服，无褶皱夹布，绗缝起止处应打回针，按针套针缝合 1.5 cm 以上固定缝制，无线头，针迹整齐均匀。
	缝针	应无缝针、断针等对人体有伤害的残留物。
枕芯	色泽	单个无明显色差。
	裂缝	不应有不弥合裂缝。
	气孔	面积不超过 1.5 cm \times 1.5 cm。
	缺料	缺料允许不连续 2 处长 3 cm \times 宽 2 cm \times 深 1 cm。
	脱皮、水印	允许有 3 处以内，面积不超过 1.5 cm \times 1.5 cm。
	暗洞	允许有 3 处面积不超过 1.5 cm \times 1.5 cm、深度不超过 1 cm。
	气味	应无刺激性气味。
	污染	不允许粘有杂质或有明显污染。
注：未规定的外观缺陷按表中类似判断。		

5.3 尺寸

枕芯的尺寸应符合标称要求。长度公差：按标称尺寸 $\pm 5\%$ ；宽度公差：按标称尺寸 $\pm 5\%$ ；高度公差：按标称尺寸 $\pm 10\%$ 。

5.4 物理性能

枕芯的物理性能应符合表 2 的规定。

表 2 物理性能

序号	项 目	要 求
1	表观密度/(kg/m ³)	30~80，与标称值允许偏差为 $\pm 8\%$
2	压缩永久变形/%	≤ 15
3	压陷硬度（压缩 40%）/N	30~150
4	含水率/%	≤ 3.0

5.5 化学性能

5.5.1 N-亚硝基胺含量

枕芯中 N-亚硝基胺含量不应检出，检出限为 0.5 mg/kg。

(7)

3

5.5.2 重金属含量

枕芯中重金属含量应符合表 3 的规定。

表 3 重金属含量

元素名称	砷 As	镉 Cd	铬 Cr	铅 Pb	汞 Hg
最大含量/ (mg/kg)	≤100	≤100	≤100	≤100	≤100

5.5.3 水抽提蛋白质含量

枕芯中水抽提蛋白质含量应不大于 700.0 μg/g。

5.5.4 苯乙烯释放量

枕芯中苯乙烯释放量应不大于 0.400 mg/(m²·h)。

5.5.5 总有机挥发物 (TVOC) 释放量

枕芯中总有机挥发物 (TVOC) 释放量应不大于 1.000 mg/(m²·h)。

6 试验方法

6.1 外观

外观检验时,在自然光或日光灯下进行,检验台表面照度不低于 600 lx,且照度均匀,检验人员眼部距产品 75 cm 左右,以目视进行检验。

6.2 尺寸

将枕芯平摊在检验台上,使其呈自然停放状态,用钢卷尺在整个产品长、宽方向的 1/4 和 3/4 处测量,精确到 1 mm。高度采用等高尺测量,精确到 1 mm。

6.3 枕套检验

枕套检验按 GB 18401—2010 的规定进行。

6.4 枕芯材料成分的测定

枕芯材料成分的测定按附录 A 进行。

6.5 表观密度

6.5.1 距边部 10 mm 以上的部位截取外表面积不低于 100 cm² 的试样,裁取面应平整,停放 10 min。

6.5.2 称其质量、测量体积,然后按公式 (1) 计算出表观密度。

$$\rho_a = \frac{m}{V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_a ——试样的表观密度的数值,单位为千克每立方米 (kg/m³);

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

V ——试样的体积的数值，单位为立方毫米（ mm^3 ）。

结果修约至 0.1 kg/m^3 。

6.5.3 每个样品应裁取 3 个试样试验，样品的表观密度为 3 个试样表观密度的中位值。

6.6 压缩永久变形

压缩永久变形的测定按附录 B 进行。

6.7 压陷硬度

压陷硬度的测定按 GB/T 10807—2006 中的方法进行，结果取压缩 40% 的值。

6.8 含水率

使用含水率测试仪（或称水分测试仪）插入乳胶枕芯四边和中间共 5 处进行水分测试。测试前，测试仪应进行正确的校准和调零。结果取最大值。

6.9 *N*-亚硝基胺含量的测定

N-亚硝基胺含量的检验按 GB/T 24153—2009 的规定进行，检出限为 0.5 mg/kg 。*N*-亚硝基胺的限量清单见 GB/T 24153—2009 附录 A。

6.10 重金属含量的测定

枕芯中重金属含量的测定按 GB/T 33324 进行。

6.11 水抽提蛋白质含量的测定

枕芯中水抽提蛋白质含量的测定按附录 C 进行。

6.12 苯乙烯释放量的测定

苯乙烯释放量的测定按 GB 18587 进行。试样应裁成规则形状的立方体，量取立方体的长、宽、高进行外表面积的计算，材料/舱负荷比为 $0.4 \text{ m}^2/\text{m}^3$ 。

6.13 总有机挥发物（TVOC）释放量的测定

总有机挥发物（TVOC）释放量的测定按 GB 18587 进行。试样应裁成规则形状的立方体，量取立方体的长、宽、高进行外表面积的计算，材料/舱负荷比为 $0.4 \text{ m}^2/\text{m}^3$ 。

7 检验规则

7.1 检验分类

产品检验分为型式检验和出厂检验。

7.2 型式检验

7.2.1 型式检验时机

有下列情况之一时，应进行型式检验：

(9)

5

- a) 新产品试制定型或老产品转厂生产时；
- b) 正式生产后，当结构、材料、工艺有较大改变而可能影响产品性能时；
- c) 正常生产情况下，每 2 年进行一次；
- d) 产品停产 1 年后恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 国家质量监督管理部门要求时。

7.2.2 检验项目

型式检验项目应包括第 5 章全部项目。

7.3 出厂检验

出厂检验是产品出厂或产品交付时进行的检验，为一般正常生产检验。出厂检验项目为 5.2、5.3、5.4。

7.4 抽样方案

7.4.1 组批

出厂检验除另有规定外，每次提交的检验批应由同一配方、采用相同工艺连续生产的产品组成。可根据实际情况确定，但每批批量应不大于 50 000 个。

7.4.2 抽样

抽样检验的单位产品为一个枕头，以不合格品百分数表示产品质量。每批产品按 GB/T 2828.1 规定的正常检验一次抽样方案以及表 4 的规定进行抽样检验。

表 4 检查水平 (IL) 和接收质量限 (AQL)

项 目	检查水平 (IL)	接收质量限 (AQL)
外 观	S-3	6.5
尺 寸	S-3	6.5
物理性能	S-2	4.0

7.5 合格判定

型式检验结果全部符合第 5 章规定的要求时，型式检验判为合格。若有一项不合格，则型式检验判为不合格。

出厂检验结果符合 5.2、5.3、5.4 及表 4 的规定时，该批产品为合格。若有一项不合格，则对不合格项目按加严检验一次抽样方案再次进行抽样检验，如合格则该批产品为合格，如仍不合格则该批产品为不合格。

8 包装、标志、运输与贮存

8.1 包装

每件产品应有包装，包装大小根据具体产品而定。包装材料应保证产品不散落、不破损、不沾污、不受潮。用户有特殊要求的，供需双方协商确定。

8.2 标志

产品外包装上应包含如下内容：

- a) 产品名称、商标；
- b) 型号（长度、宽度、高度）、胶乳成分；
- c) 本标准编号；
- d) 检验合格证明、生产批号、生产日期；
- e) 制造商名称、地址。

8.3 运输与贮存

8.3.1 产品在运输和贮存过程中，应有遮盖物，不应重压、沾污、强烈高温、阳光直射、雨雪浸淋，禁止与酸、碱、油类、有机溶剂、热源及其他对橡胶性能有损害的物质接触。

8.3.2 产品应存放在干燥、通风的库房内，不应与有毒有害的物质一起存放。

8.3.3 乳胶枕芯自生产之日起，在 8.3.1、8.3.2 规定的贮存条件下，常态下贮存期为 24 个月，压缩包装下贮存期为 3 个月。

附 录 A
(规范性附录)
乳胶枕芯成分的测定

A.1 概述

利用傅里叶变换红外光谱仪、热重分析仪、能量色散 X 射线荧光光谱仪、裂解气相色谱质谱联用仪、电感耦合等离子体发射光谱仪、马弗炉测定乳胶枕芯中的成分。

A.2 试剂

A.2.1 氯仿：分析纯。

A.2.2 丙酮：分析纯。

A.3 仪器设备

A.3.1 傅里叶变换红外光谱仪 (FTIR)。

A.3.2 热重分析仪 (TGA)。

A.3.3 能量色散 X 射线荧光光谱仪 (EDX)。

A.3.4 裂解气相色谱质谱联用仪 (PyGCMS)。

A.3.5 电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES)。

A.3.6 150 mL 全玻璃抽提装置：包含回收瓶、索氏提取器、冷凝管。

A.3.7 马弗炉。

A.4 测试方法

A.4.1 FTIR 测试

按照 GB/T 7764—2017、GB/T 6040—2002，采用傅里叶变换红外光谱仪，在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 波数范围采集乳胶枕芯、助剂、无机物的红外光谱图，通过红外光谱图谱图解析乳胶枕芯的成分信息。

A.4.2 PyGCMS 测试

乳胶枕芯选用裂解温度 $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，助剂选用裂解温度 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。分流比 100，色谱柱 DB-5，柱温 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，保温 2 min，升温速率 $13\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，最终温度保持 8 min。

A.4.3 索氏提取

按照 GB/T 3516—2006，选择合适的溶剂，抽提乳胶枕芯的助剂，再烘干样品，计算提取物的含量，并将提取物用于 FTIR、PyGCMS 分析成分。

A.4.4 TGA 测试

按照 GB/T 33047.1—2016, 样品称重 4 mg~10 mg, 升温速率为 10 °C/min, 氮气气氛, 升温至 600 °C, 在 600 °C 时切换为空气, 以升温速率为 10 °C/min 升温至 700 °C (若有石墨存在升温至 850 °C)。

A.4.5 EDX 测试

EDX-7000 测试元素范围¹¹Na~⁹²U, 气氛为抽真空, 记录样品的元素信息。

A.4.6 灰分含量的测试

按照 GB/T 4498.1—2013 进行测试, 样品称重 2 g~10 g, 600 °C 马弗炉煅烧时间应不超过 3 h, 冷却称重至恒重, 计算所得灰分含量。

A.5 结果与计算

A.5.1 纯天然胶乳乳胶枕芯成分结果与计算

A.5.1.1 FTIR 结果

通过红外吸收峰 840 cm⁻¹、890 cm⁻¹、1 037 cm⁻¹、1 126 cm⁻¹、1 375 cm⁻¹、1 444 cm⁻¹ 等判定样品的成分为聚异戊二烯。FTIR 结果见图 A.1。

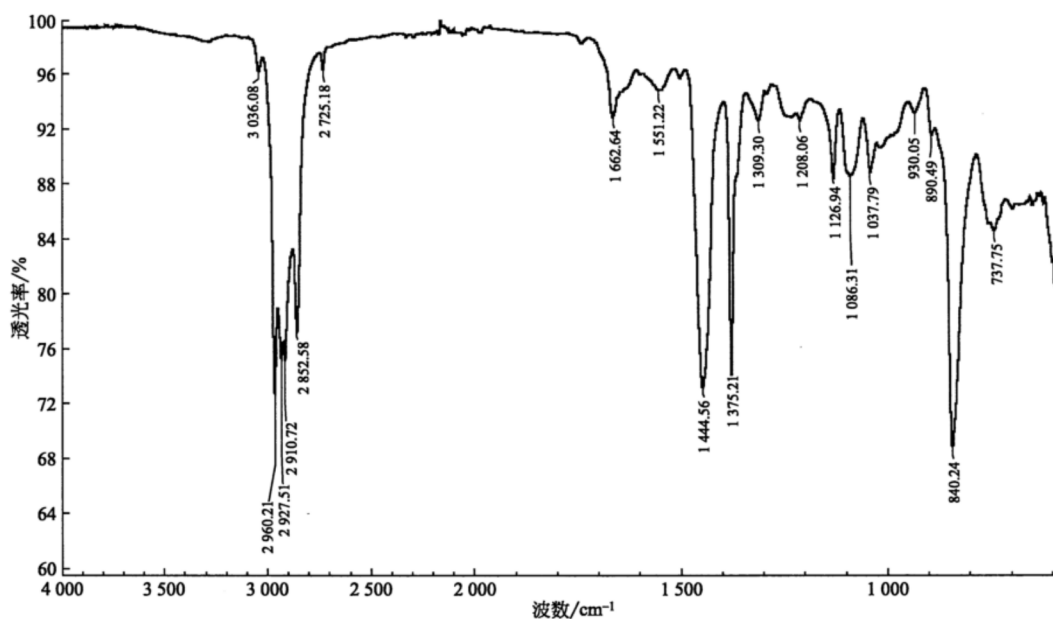


图 A.1 乳胶枕芯的 FTIR 图

A.5.1.2 PyGCMS 结果

通过保留时间为 1.125 min 的异戊二烯单体主峰碎片、保留时间为 7.717 min 的异戊二烯二聚体主峰碎片判定样品的成分为聚异戊二烯橡胶。PyGCMS 结果见图 A.2。

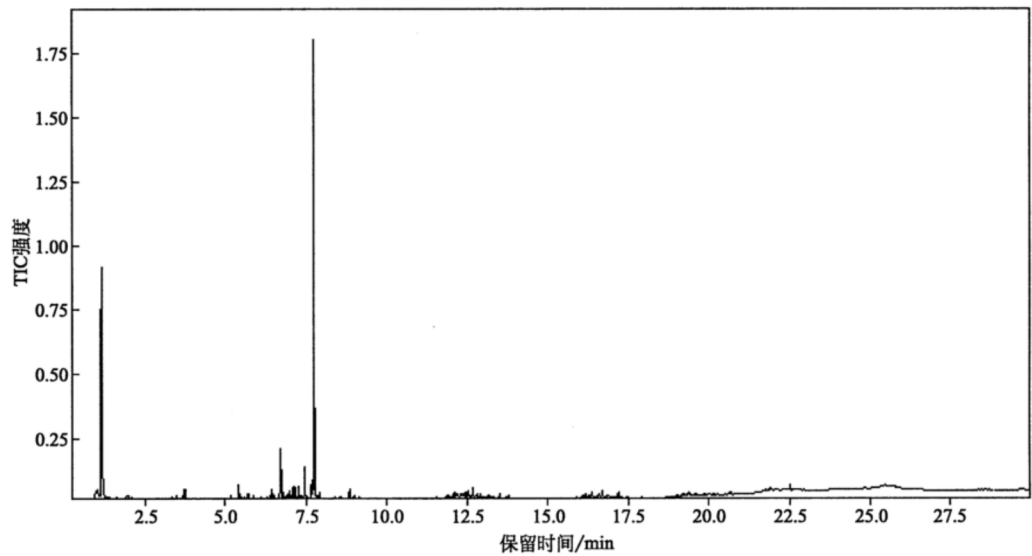


图 A. 2 乳胶枕芯的 PyGCMS 图

A. 5. 1. 3 助剂结果

经过丙酮或氯仿抽提 8 h，称重计算得到提取物含量为 m_1 。将溶剂通过氮吹仪吹干，测提取物的 FTIR、PyGCMS，从 FTIR、PyGCMS 的裂解碎片判断提取物成分。助剂含量 m_2 为提取物 m_1 减去天然胶乳固有物质后的含量。结果见图 A. 3、图 A. 4。

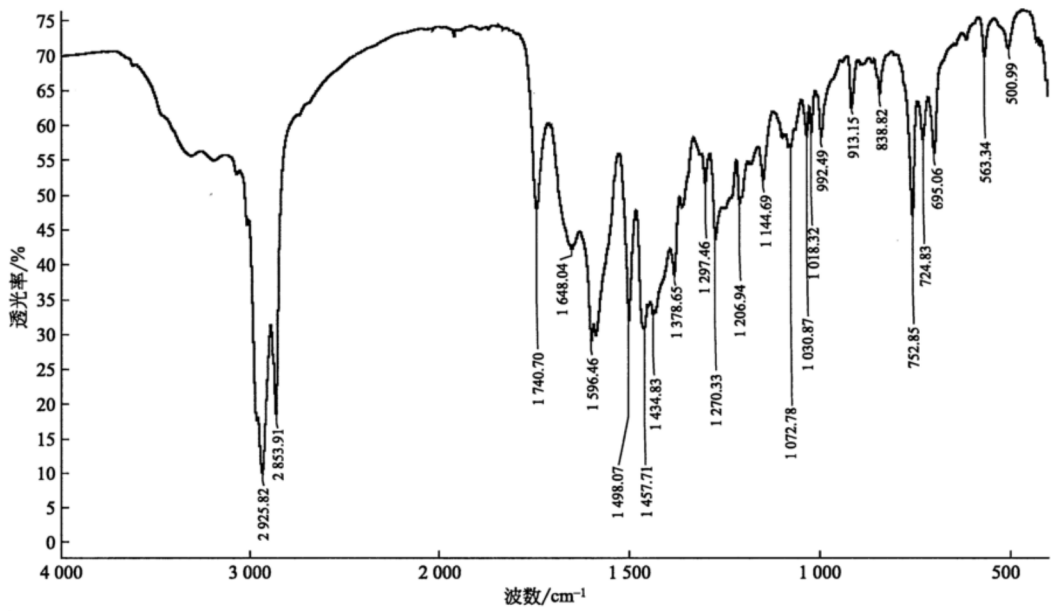


图 A. 3 提取物的 FTIR 图

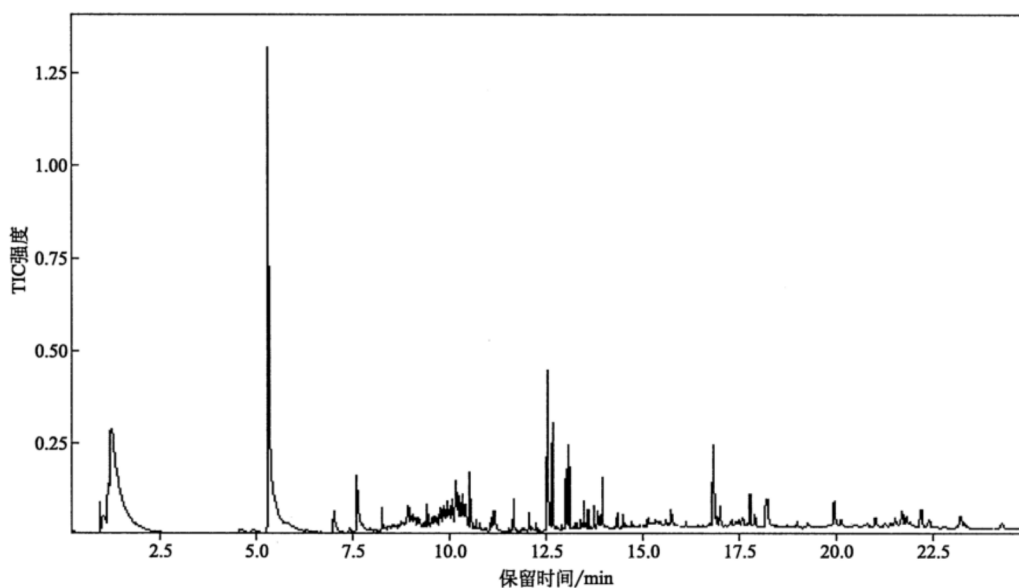


图 A.4 提取物的 PyGCMS 图

A.5.1.4 TGA 结果

第一步失重主要为低分子量的助剂失重，第二步失重为天然胶乳的分解失重，剩余无机物含量为 $b\%$ 。TGA 结果见图 A.5。

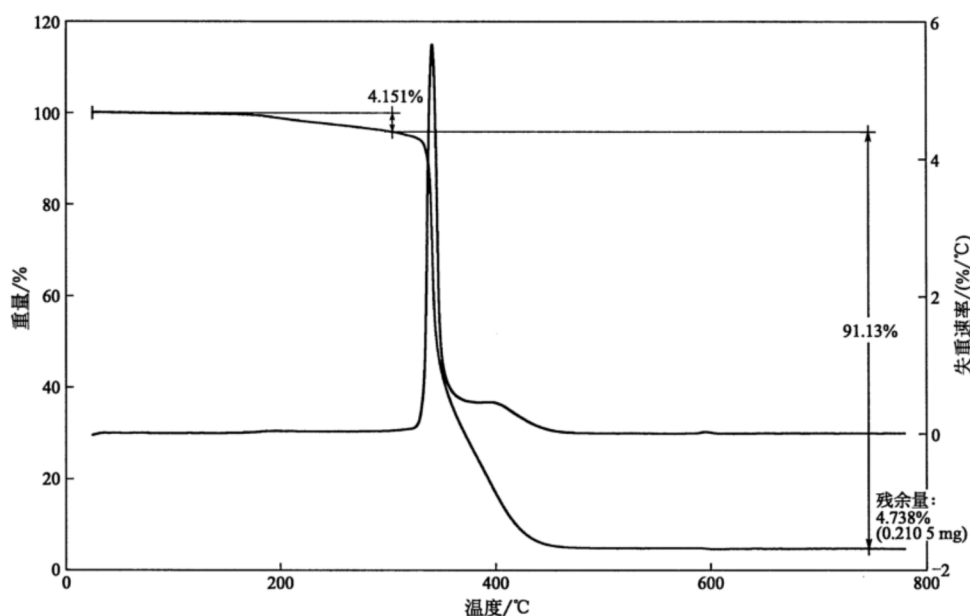


图 A.5 乳胶枕芯的 TGA 曲线

A.5.1.5 原样的 EDX 结果

根据 EDX 数据确定是否含 Zn、S、Si 等元素。进一步确认硫化促进剂是否为二乙基硫代氨基甲酸锌、含硫硫化剂。根据已知硫含量的 EDX 标准曲线以及 ICP 测试结果推算硫含量约为 $c\%$ 。EDX 结果见图 A.6。

测试条件				准直器		10mm	氛围	真空
元素	kV	uA	Filter	Acq.	分析	时间	DT%	
Al-U	50	28-Auto	——	0 - 40	0.00-40.00	Live-	40	30
Na-Sc	15	193-Auto	——	0 - 20	0.00- 4.40	Live-	70	30

定量结果				标准偏差	处理-计算	线	强度
元素	结果						
S	2.060 %			[0.006]	定量分析-FP	S Ka	75.806
Zn	0.724 %			[0.002]	定量分析-FP	ZnKa	1180.25
Si	0.117 %			[0.004]	定量分析-FP	SiKa	1.092
K	0.087 %			[0.001]	定量分析-FP	K Ka	2.133
Ca	0.066 %			[0.001]	定量分析-FP	CaKa	2.324
P	0.024 %			[0.002]	定量分析-FP	P Ka	0.428
Fe	0.004 %			[0.000]	定量分析-FP	FeKa	2.989
Cu	0.003 %			[0.000]	定量分析-FP	CuKa	3.834
Hf	0.002 %			[0.001]	定量分析-FP	HfLa	0.868
CH2O	96.914 %			[———]	平衡		

图 A. 6 乳胶枕芯的 EDX 结果

A. 5. 1. 6 灰分的结果

经过 FTIR 分析，灰分结果 m_4 以质量分数表示。

A. 5. 1. 7 天然胶乳含量计算

天然胶乳含量计算按公式 (A. 1) 进行：

天然胶乳含量=100%— m_2 — m_3 — m_4 (A. 1)

式中：

- m_2 ——提取物 m_1 减去天然胶乳固有物质后的助剂含量；
- m_3 ——含硫硫化剂含量；
- m_4 ——灰分含量。

A. 5. 2 并用天然胶乳乳胶枕芯成分结果与计算

A. 5. 2. 1 FTIR 结果

通过红外 ATR 吸收峰 840 cm^{-1} 判定为聚异戊二烯成分， 699 cm^{-1} 、 752 cm^{-1} 、 913 cm^{-1} 、 969 cm^{-1} 判定为丁苯胶乳成分。通过液氮脆化，KBr 压片的红外光谱图 $3\,300\text{ cm}^{-1}\sim 3\,620\text{ cm}^{-1}$ 、 $1\,019\text{ cm}^{-1}$ 、 797 cm^{-1} 、 661 cm^{-1} 判定为氢氧化铝成分。FTIR 结果见图 A. 7、图 A. 8。

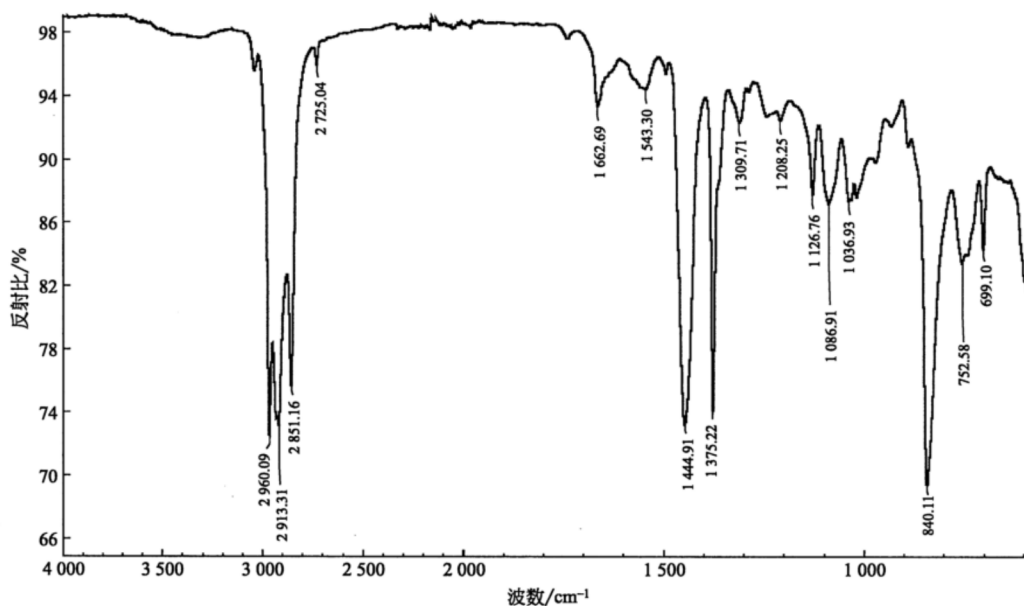


图 A.7 乳胶枕芯的 FTIR 图

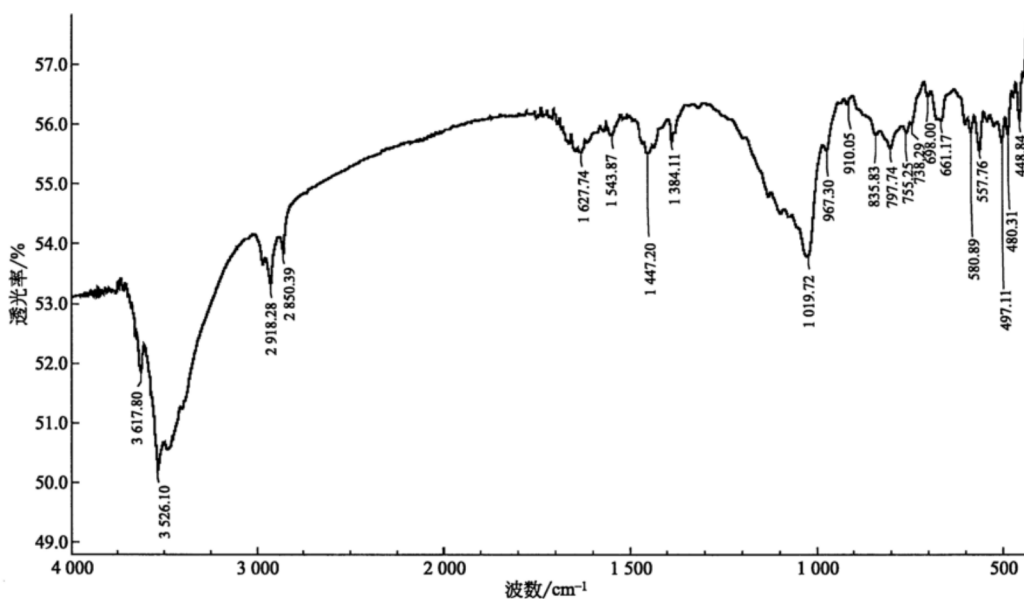


图 A.8 乳胶枕芯的 FTIR-KBr 图

A.5.2.2 PyGCMS 结果

通过保留时间为 1.125 min 的异戊二烯单体主峰碎片、保留时间为 7.717 min 的异戊二烯二聚体主峰碎片判定样品的成分为聚异戊二烯橡胶。通过保留时间为 1.017 min 的丁二烯碎片、保留时间为 5.742 min 的苯乙烯碎片判断样品中除了聚异戊二烯橡胶外还含有丁苯胶乳。PyGCMS 结果见图 A.9。

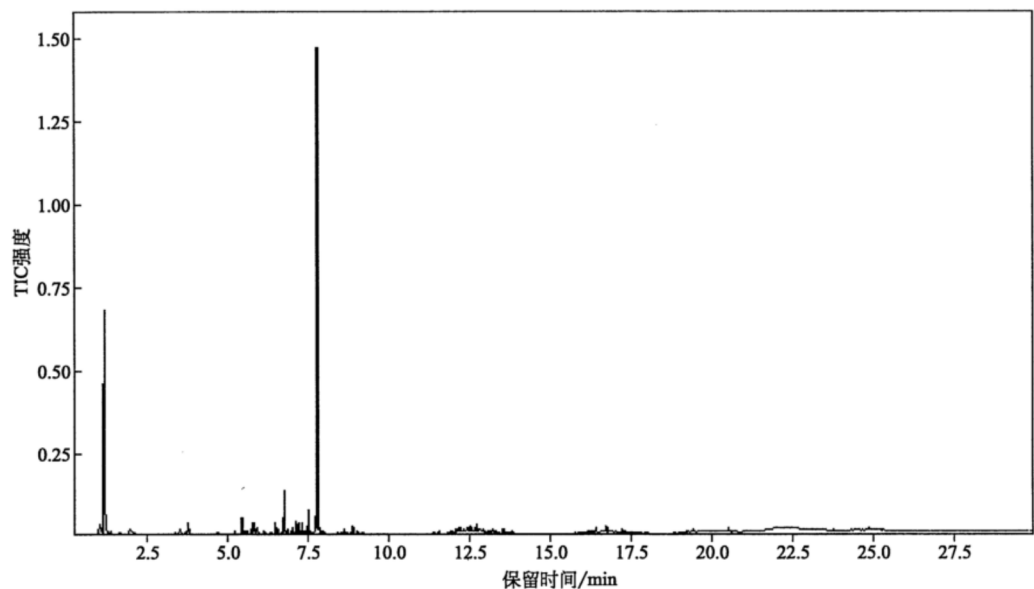


图 A. 9 乳胶枕芯的 PyGCMS 图

A. 5. 2. 3 助剂结果

经过丙酮或氯仿抽提 8 h，称重计算得到提取物含量为 n_1 。将溶剂通过氮吹仪吹干，测提取物的 FTIR、PyGCMS，从 FTIR（图 A. 10）、PyGCMS（图 A. 11）的裂解碎片判断提取物成分。助剂含量 n_2 为提取物 n_1 减去天然胶乳固有物质后的含量。

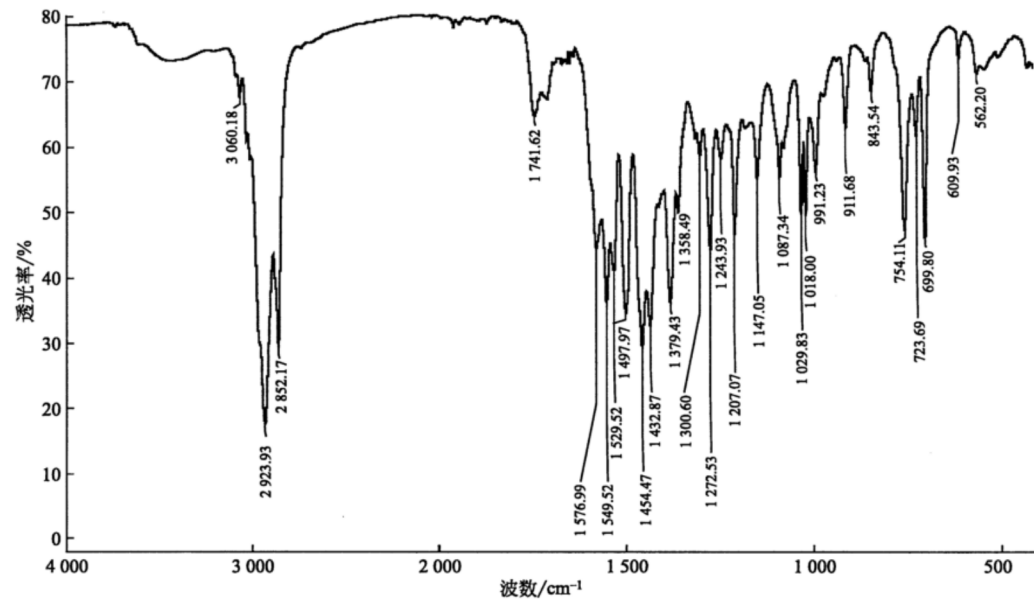


图 A. 10 提取物的 FTIR 图

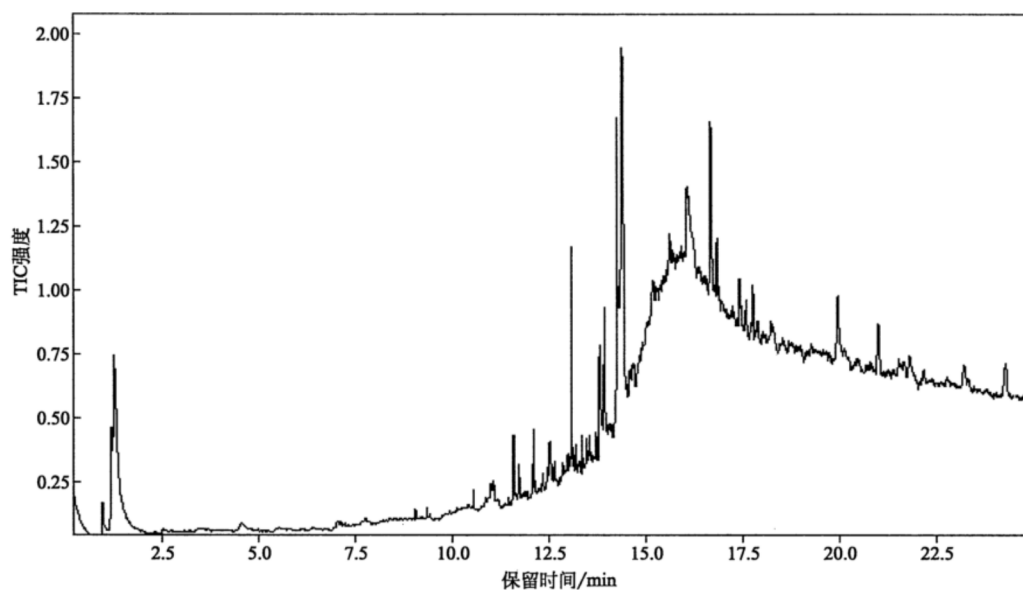


图 A. 11 提取物的 PyGCMS 图

A. 5. 2. 4 TGA 结果

第一步失重为低分子量的助剂失重，第二步失重为氢氧化铝分解为氧化铝和水失重，第三步失重为天然胶乳和丁苯胶乳的分解失重，剩余物为无机物，TGA 结果见图 A. 12。提取剩余物的 TGA 见图 A. 13，第一步失重为氢氧化铝分解为氧化铝和水失重（水的质量分数 n_3 ），第二步失重为天然胶乳的部分失重（含量 n_4 ）。

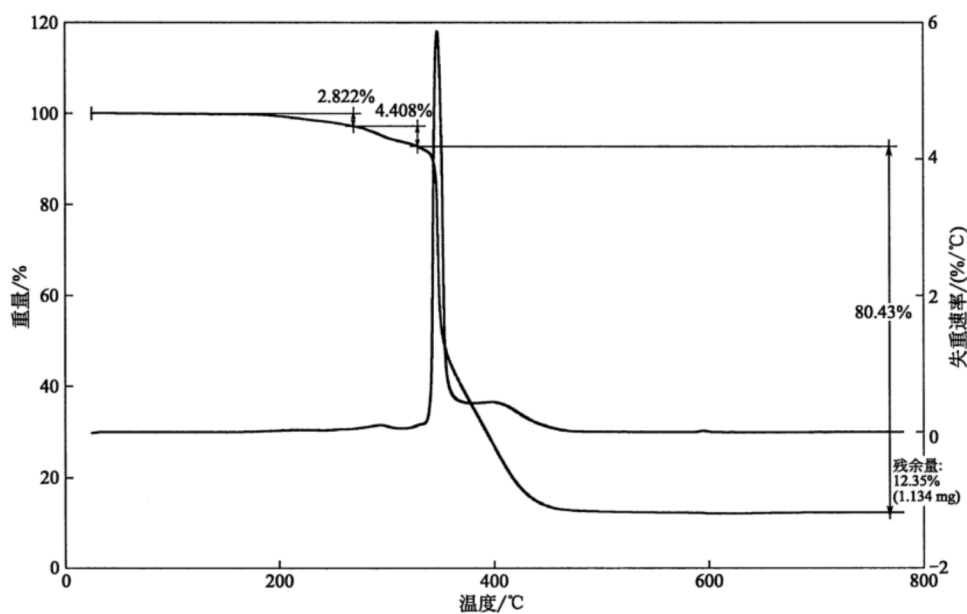


图 A. 12 乳胶枕芯的 TGA 曲线

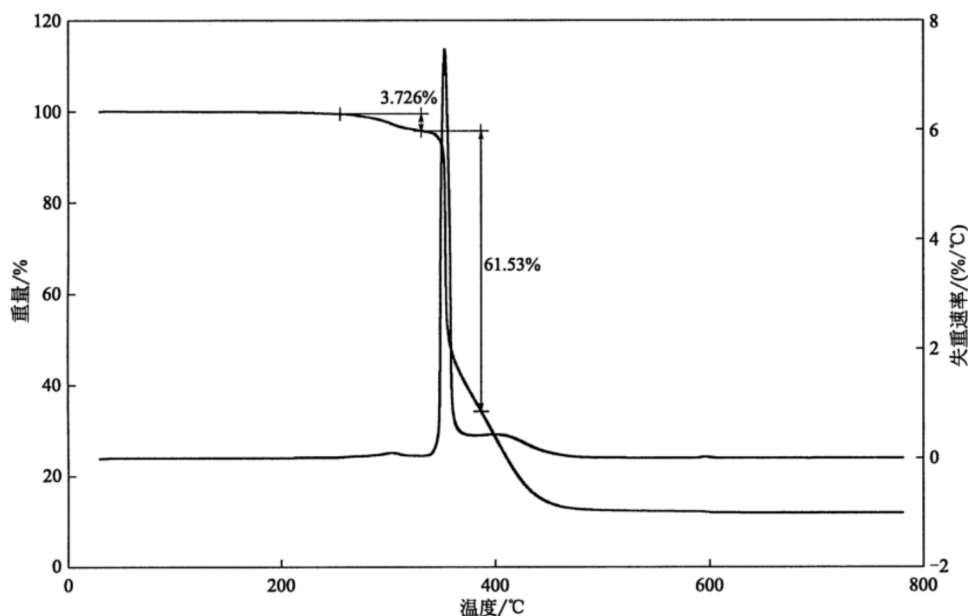


图 A. 13 提取剩余物的 TGA 曲线

A. 5. 2. 5 原样的 EDX 结果

根据 EDX 数据（图 A. 14）确定样品是否含 Zn、S、Al 元素。进一步确认硫化促进剂是否为二乙基二硫代氨基甲酸锌、含硫硫化剂、氢氧化铝。根据已知硫含量的 EDX 标准曲线以及 ICP 测试结果推算硫含量为 $D\%$ 。

测试条件				准直器		5mm	氛围	真空
元素	kV	uA	Filter	Acq.	分析	时间	DT%	
Al-U	50	41-Auto	—	0-40	0.00-40.00	Live-	40	31
Na-Sc	15	381-Auto	—	0-20	0.00-4.40	Live-	70	29

定量结果				标准偏差	处理-计算	线	强度
元素	结果						
Zn	2.274 %			[0.005]	定量分析-FP	ZnKa	1098.42
S	1.715 %			[0.007]	定量分析-FP	S Ka	20.769
Al	0.302 %			[0.009]	定量分析-FP	AlKa	0.321
K	0.174 %			[0.002]	定量分析-FP	K Ka	1.428
Si	0.132 %			[0.005]	定量分析-FP	SiKa	0.402
Ca	0.024 %			[0.001]	定量分析-FP	CaKa	0.286
P	0.009 %			[0.003]	定量分析-FP	P Ka	0.054
Fe	0.006 %			[0.001]	定量分析-FP	FeKa	1.519
Cu	0.005 %			[0.001]	定量分析-FP	CuKa	2.186
Hf	0.002 %			[0.002]	定量分析-FP	HfLa	0.293
CH2O	95.356 %			[—]	平衡	—	—

图 A. 14 乳胶枕芯的 EDX 结果

A. 5. 2. 6 灰分的结果

灰分结果 n_6 以质量分数表示。经过 FTIR 分析，主要是氧化锌、乳胶高温分解产物硅酸盐、氧化铝。

A. 5.2.7 天然胶乳含量计算

天然胶乳含量计算、氢氧化铝含量计算、丁苯胶乳含量计算按公式 (A. 2)~公式 (A. 4) 进行:

$$\text{天然胶乳含量} = \frac{n_4}{A}(100\% - n_1) + (n_1 - n_2) \quad \dots\dots\dots (\text{A. 2})$$

$$\text{氢氧化铝含量} = \frac{156n_3}{54}(100\% - n_1) \quad \dots\dots\dots (\text{A. 3})$$

$$\text{丁苯胶乳含量} = 100\% - \text{天然胶乳含量} - n_2 - n_5 - (n_3 + n_6) \quad \dots\dots\dots (\text{A. 4})$$

式中:

- n_4 ——抽提后样品的天然胶乳部分失重含量;
- A ——10 个纯天然胶乳标准样品的 TGA 第一步失重平均系数;
- n_1 ——提取物含量;
- n_2 ——提取物 n_1 减去天然胶乳固有物质后的助剂含量;
- n_3 ——抽提后样品的氢氧化铝分解脱水含量;
- n_5 ——含硫硫化剂含量;
- n_6 ——灰分含量。

A. 5.2.8 标样红外光谱图

除了上述的 TGA 方法外, 还应严格按照天然胶乳和丁苯橡胶的混合红外标样图对照定量。图 A. 15 为标样的红外光谱图。

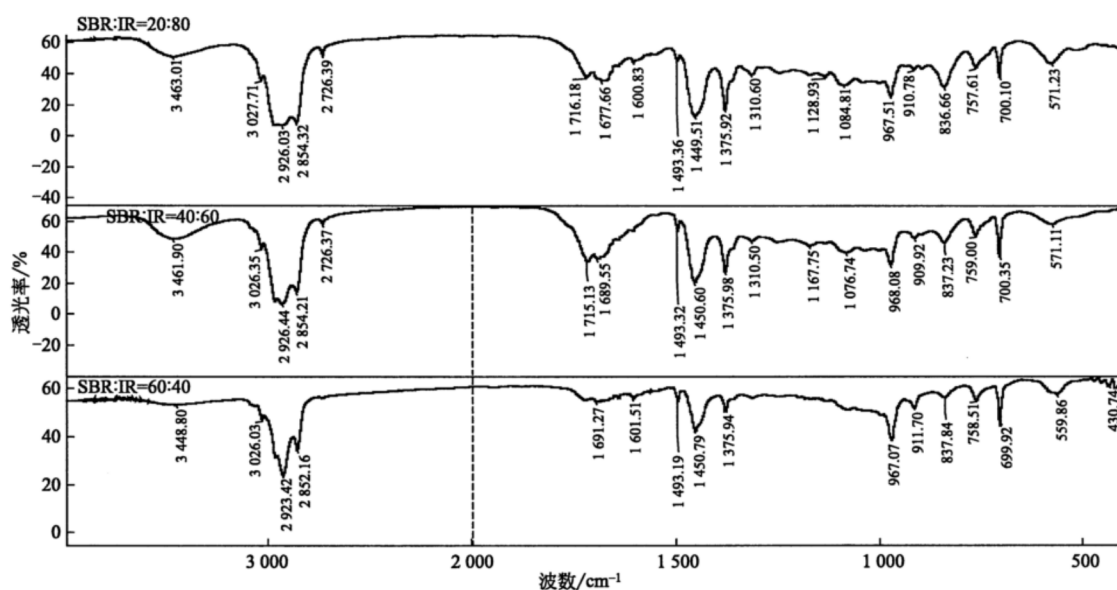


图 A. 15 标样的红外光谱图

附 录 B
(规范性附录)
压缩永久变形的测定

B.1 原理

在规定时间、规定温度使试样保持恒定的变形，记下卸压后试样厚度的变化。

B.2 试样制备

B.2.1 试样的长、宽均为 (50 ± 1) mm，各处厚度差不得超过 ± 1 mm。

B.2.2 实验前，试样应在下列任一种环境中状态调节 16 h 以上，然后立即进行试验，试验也应在下列条件下进行：

- a) 温度为 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为 $50\% \pm 5\%$ ；
- b) 温度为 $27\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为 $65\% \pm 5\%$ 。

B.3 试验步骤

B.3.1 按 HG/T 3054 所述的方法精确测量试样的初始厚度 (T_0)。

B.3.2 按 B.2.2 的要求调节试样。

B.3.3 将试样放在压缩器的两块平板之间，压缩至初始厚度 (T_0) 的 50%，然后置于 $(70 \pm 1)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱中 (22 ± 0.2) h。

B.3.4 从恒温箱中取出压缩器，将试样在 1 min 内从夹板中取出，放置在低导热物体表面上，试样在与状态调节相同的环境下恢复 1.5 h。

B.3.5 在试样原测量位置测量试样的厚度 (T_1)。

B.4 结果表示

乳胶枕芯的压缩永久变形按公式 (B.1) 计算：

$$\text{压缩永久变形} = \frac{T_0 - T_1}{T_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

T_0 ——试样的初始厚度的数值，单位为毫米 (mm)；

T_1 ——试样压缩后经过恢复的厚度的数值，单位为毫米 (mm)。

至少要用 2 块试样进行试验，取其结果的算术平均值作为试样的压缩永久变形。

附 录 C
(规范性附录)
水抽提蛋白质含量的测定

C.1 原理

用缓冲溶液抽提水溶性蛋白质，然后通过沉淀、浓缩将其从有可能干扰测定的其他水溶性物质中分离出来，再溶解沉淀的蛋白质，以标准蛋白质作参照，用 Lowry 方法进行比色，定量测定水抽提蛋白质含量。

C.2 仪器设备

试验所用到的器皿（容量杯、试管）均为聚丙烯或聚乙烯制造。

C.2.1 离心机

离心机转速至少达到 6 000 r/min (6 000g)。

注：当离心时间延长时，温度可能会上升，最好用冷冻离心机。

C.2.2 离心管

容量为 200 mL、50 mL、25 mL 蛋白质吸附量少的聚丙烯或聚乙烯（如果适用）离心管。

C.2.3 移液管

适用于试验的移液管 25 mL、20 mL、10 mL、5 mL、2 mL、1 mL。

C.2.4 试管振荡器

振荡频率为 3 Hz~6 Hz。

C.2.5 紫外分光光度计

比色皿：一次性使用聚苯乙烯透明比色皿或者石英材质比色皿（要求十分干净）。

C.2.6 天平

精确到 0.000 1 g。

C.3 试剂

实验过程中，使用的试剂均为分析纯，配制试剂的水均为蒸馏水。

C.3.1 抽提液

在整个抽提过程中 pH 值能保持在 7.4±0.4 范围内的一种缓冲溶液。

注 1：适用的缓冲溶液包括 0.01 mol/L 磷酸盐缓冲溶液 (PBS) 和 0.1 mol/L N-三（羟甲基）甲基-2-氨基乙磺酸钠盐缓冲溶液 (TES)。磷酸盐缓冲溶液的制备是根据产品说明将磷酸盐溶解于蒸馏水中，如果缓冲溶液的

pH 值达不到 7.4 ± 0.4 ，有必要使用浓度高一点的磷酸盐溶液。TES 缓冲溶液的制备是将 24 g TES 溶于 500 mL 水中，然后用水稀释至 1 L。

注 2：PBS 和 TES 可以在市场采购。

C.3.2 Lowry 法蛋白质试剂

C.3.2.1 试剂 A：碱性柠檬酸铜溶液。

将 10 份试剂 C 和 0.2 份试剂 D 混匀，在检验当天配制。

C.3.2.2 试剂 B：用 28 mL 水加入 72 mL 2 mol/L 福林试剂得到的稀溶液。

注：2 mol/L 福林试剂可在市场上购买。

C.3.2.3 试剂 C：6 g 碳酸钠溶解在 100 mL 水中的溶液。

C.3.2.4 试剂 D：1.5 g 硫酸铜和 3 g 柠檬酸钠溶解在 100 mL 水中的溶液。

C.3.2.5 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=0.2 \text{ mol/L}$ 。

C.3.2.6 脱氧胆酸钠（DOC）溶液：用水溶解 0.15 g 脱氧胆酸钠，稀释至 100 mL 的溶液。

冷藏贮存，有效期为 4 周。

C.3.2.7 三氯乙酸（TCA）溶液：用水溶解 72 g 三氯乙酸，稀释至 100 mL 并混合均匀的溶液。

冷藏贮存，有效期为 4 周。

C.3.2.8 磷钨酸（PTA）溶液：用水溶解 72 g 磷钨酸至 100 mL 并混合均匀的溶液。

冷藏贮存，有效期为 4 周。

C.3.3 卵清蛋白贮备液

卵清蛋白是用硫酸铵分馏并在 $\text{pH}=4.5$ 时重复结晶所得。也可从市场上采购。

将 100 mg 卵清蛋白溶解于 100 mL 抽提液（C.3.1）中制备成浓度为 1 mg/mL 的贮备液。用分光光度计，以光程为 1 cm 的比色皿，在 280 nm 处测定蛋白质的吸光度。以抽提液（C.3.1）作为空白样，然后将吸光度除以消光系数 0.64，得到卵清蛋白贮备液的精确浓度。在溶液不高于 7°C 条件下可稳定贮存 48 h，或在 -10°C 条件下可冷冻贮存 2 个月，融化时要求加热到 45°C 并保温 15 min。

注：冷藏时间为累计时间。为避免反复冷冻和融化，建议将蛋白质贮备液分几份贮存，每份足够制备一条校准曲线或在验证试验步骤中足够使用。

C.4 试验步骤

在 $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ 条件下，将称好的枕芯样品放在聚乙烯杯中，用抽提液抽提 $(120 \pm 5) \text{ min}$ 。抽提时应进行 3 个平行试验，对每份抽提液应单独进行测定。

C.4.1 抽提

C.4.1.1 称量样品质量（ m ），至少精确至 0.001 g。

C.4.1.2 将乳胶枕芯样品剪碎，放入聚乙烯杯中。

C.4.1.3 准确加入适量体积的抽提液（C.3.1），每克乳胶枕芯抽提液的用量在 10 mL~15 mL 之间，使其完全浸泡。

C.4.1.4 在 $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ 条件下, 将乳胶枕芯样品抽提 (120 ± 5) min。开始时搅动试片 15 s, 然后不超过 30 min 搅动一次, 最好连续缓慢搅动。

C.4.1.5 将抽提液移入离心管中, 在不低于 $2\,000\text{ r/min}$ ($2\,000g$) 的条件下离心 15 min, 将固体物离心分离。分离出的抽提液最好立即试验, 但也可以在不高于 7°C 条件下贮存 48 h, 或者在低于 -10°C 条件下可冷冻贮存 15 d。

C.4.2 蛋白质标准溶液的制备

蛋白质标准溶液的制备是用抽提液 (C.3.1) 将蛋白质贮备液 (C.3.3) 稀释, 制备下列蛋白质标准溶液: 0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL。同时用抽提液 (C.3.1) 作空白。溶液可冷藏 2 d。

C.4.3 蛋白质的沉淀与浓缩

C.4.3.1 在 $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$ 条件下逐一进行测试。

C.4.3.2 分别移取 4 mL 抽提液 (C.3.1) (作为一个空白样)、蛋白质标准溶液 (C.4.2) 和 3 份乳胶枕芯抽提液, 置于 50 mL 离心管 (C.2.2) 中, 各加入 2 mL DOC 溶液 (C.3.2.6), 混匀并静置 10 min, 然后各加入 2 mL TCA 溶液 (C.3.2.7) 并混匀, 再加入 2 mL PTA 溶液 (C.3.2.8) 混匀, 静置 30 min。

注: 溶液量须满足比色分析的需要。如样本量增大, 则特别注意清楚标识每个离心管。

C.4.3.3 将离心管在不低于 $6\,000\text{ r/min}$ ($6\,000g$) 的条件下离心 30 min, 确保蛋白质充分沉淀, 如有必要可延长离心时间。倾去上层清液, 将每个离心管倒置在滤纸上, 让水流干。在每个离心管中加入 0.8 mL 浓度为 0.2 mol/L 的 NaOH 溶液 (C.3.2.5) (包括空白样), 用来再溶解蛋白质, 必要时使用旋涡混合器, 使蛋白质沉淀溶解完全。

确保蛋白质完全溶解至澄清溶液。假如还有蛋白质沉淀, 可继续加入定量的 3.2 mL NaOH 溶液 (即总量为 4.0 mL)。在每一个溶液中加入 NaOH 溶液的量应相同。加入推荐量 0.8 mL 的 NaOH 溶液时, 浓缩因子 F 为 5。

如果每个样加入的 NaOH 的量不同, F 也不相同:

$$F = \text{沉淀前抽提液体积} / \text{溶解蛋白质所用 NaOH 溶液体积}$$

溶解后的蛋白质溶液最好当天测定。如不能立即进行测定, 溶液可在不超过 7°C 的条件下贮存且不超过 24 h。如果加入 4.0 mL NaOH 溶液后沉淀还没完全溶解, 可在 $6\,000\text{ r/min}$ ($6\,000g$) 的条件下离心 15 min, 直至出现澄清蛋白质溶液为止。

C.5 比色检验

C.5.1 按使用说明打开分光光度计并调零。

C.5.2 分别在 0.8 mL 再溶解蛋白质溶液及空白样 (C.4.3.2) 中加入 0.3 mL 试剂 A (C.3.2.1), 混匀。再加入 0.1 mL 试剂 B (C.3.2.2), 混匀。样品溶液在测定吸光度前至少静置 15 min, 但不得超过 1 h。

C.5.3 分光光度计测定。

加入试剂 B 后 1 h 内, 移取 C.5.2 准备好的溶液到比色皿中, 在波长 750 nm 处 (最好) 或在规定波长 600 nm~750 nm 范围内对照空白样测定其吸光度。为统一结果, 时间范围、仪器和选择波长

必须保持一致。测定蛋白质含量的单位为 $\mu\text{g/g}$ (见 C. 6. 3)。每个校准曲线溶液测量 2 次，试液测量 2 次。

C. 6 结果计算

C. 6. 1 校准曲线

以蛋白质校准溶液 (C. 3. 3) 的浓度对应经过沉淀和再溶解 (C. 4. 3. 3) 后吸光度绘制校准曲线。

C. 6. 2 浓度计算

3 个抽提样中的每个样品浓度 c 值根据其吸光度直接在校准曲线上读取，单位为 $\mu\text{g/mL}$ ，结果取中值。

C. 6. 3 可抽提蛋白质含量的计算

每克乳胶枕芯中可抽提蛋白质含量为 E ，数值以 $\mu\text{g/g}$ 表示，按公式 (C. 1) 计算：

$$E = \frac{5vc}{Fm} \dots\dots\dots (C. 1)$$

式中：

- v ——抽提液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- c ——再溶解蛋白质溶液蛋白质的浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
- F ——浓缩因子；
- m ——被抽提乳胶枕芯样品的质量的数值，单位为克 (g)。