

天然橡胶生胶杂质含量检测的精密度和不确定度分析

李开鹏

(海南省产品质量监督检验所,海南 海口 570203)

摘要:分析天然橡胶(NR)生胶杂质含量检测的精密度和不确定度。结果表明:NR生胶杂质质量分数检测的精密度符合GB/T 8086—2008要求,不确定度可表示为 $0.000\ 927 \pm 0.000\ 098$,置信水平约为95%,检测结果近似服从正态分布;NR生胶杂质质量分数的检测结果一致性好,分散性在可接受范围内。

关键词:天然橡胶;杂质含量;检测;精密度;不确定度

中图分类号:TQ332.1;TQ330.7⁺2 **文献标志码:**A **文章编号:**2095-5448(2018)06-50-03

杂质含量是天然橡胶(NR)生胶重要的检测项目之一,GB/T 8086—2008《天然生胶 杂质含量的测定》规定了NR生胶杂质含量的检测方法,即用溶剂将试样全部溶解,滤除溶液,将杂质保留在过滤筛上,烘干,称质量,计算得到杂质含量。GB/T 8086—2008还提供了杂质含量检测重复性、再现性参考值和精密度使用指南,为评价检测数据的一致性提供了重要的数据支撑。

精密度和不确定度是两个不同概念^[1-3]。精密度是指相同条件下多次检测结果之间的相符程度,可以表征检测结果的一致性。精密度常用偏差表示,偏差越小,说明精密度越大^[2-4]。不确定度分为随机效应导致的分量(u_{rd})和系统效应导致的分量(u_{sys}),以数值形式表征检测结果的分散性^[3-5]。

不确定度的评定已成为中国合格评定国家认可委员会(CNAS)和中国计量认证(CMA)认定实验室必须的管理程序之一。实验室应根据检测工作的需要,对每个检测项目进行不确定度评定^[4-6]。由于精密度需要大量数据支撑,如将其与不确定度结合分析,既能充分反映检测结果的准确性,还能作为检测结果异议的仲裁依据,有利于检测工作的顺利开展。

本工作根据GB/T 8086—2008,对NR生胶杂

质含量检测的精密度和不确定度进行分析,以期对NR的质量控制提供指导。

1 杂质含量检测

取相同批次和规格的NR生胶试样,连续检测40个平行试样,按式(1)计算杂质质量分数。

$$X = (m_2 - m_1) / m_0 \quad (1)$$

式中, X 为杂质质量分数; m_0 为试样质量,g; m_1 为空筛质量,g; m_2 为杂质和空筛质量,g。

40个NR生胶试样的杂质质量分数检测结果如表1和2所示。40个试样的检测是在相同条件下完成的,估计精密度时只需考虑重复性,将表1和2中的40个 X 取平均值,得到杂质质量分数平均值(\bar{X})为0.000 927。

2 精密度

根据表1和2计算每两个试样 X 之间的绝对差($|X_1 - X_2|$),并计算每两个试样 X 之间的百分差 $\{ [|X_1 - X_2| / (|X_1 + X_2| / 2)] \times 100 \}$,结果如表3所示。

查GB/T 8086—2008的表1(1型精密度-均化样品试验)得出,与0.000 927最近似的 \bar{X} 为0.001 1,该精密度的判定点为平均每20个绝对差中最多有1个超过0.000 185,平均每20个百分差中最多有1个超过16.4。从表3可以看出,20个绝对差和百分差均没有超过该判定点,因此本工作检测结果一致性较好。

作者简介:李开鹏(1984—),男,海南万宁人,海南省产品质量监督检验所工程师,学士,主要从事产品检测和实验室管理工作。

E-mail:36840387@qq.com

表1 1[#]—20[#]NR生胶试样的杂质质量分数检测结果

试样	m_0/g	m_1/g	m_2/g	X	试样	m_0/g	m_1/g	m_2/g	X
1 [#]	30.313 2	19.045 6	19.074 3	0.000 947	11 [#]	31.881 3	17.881 1	17.910 8	0.000 932
2 [#]	31.167 7	19.239 4	19.267 9	0.000 914	12 [#]	30.365 6	20.959 5	20.988 9	0.000 968
3 [#]	35.264 0	22.063 5	22.095 4	0.000 905	13 [#]	31.464 7	17.014 6	17.043 7	0.000 925
4 [#]	32.040 0	18.310 5	18.340 7	0.000 943	14 [#]	30.237 5	19.625 3	19.652 0	0.000 883
5 [#]	31.275 8	20.137 1	20.164 4	0.000 873	15 [#]	28.339 8	19.847 2	19.871 2	0.000 847
6 [#]	31.329 0	18.198 8	18.226 3	0.000 878	16 [#]	29.663 5	19.185 7	19.215 1	0.000 991
7 [#]	33.082 9	20.677 8	20.710 7	0.000 994	17 [#]	28.238 5	17.694 4	17.721 1	0.000 946
8 [#]	29.933 1	17.340 6	17.370 0	0.000 982	18 [#]	32.576 5	15.903 3	15.932 3	0.000 890
9 [#]	28.736 1	17.114 9	17.145 3	0.001 058	19 [#]	33.859 7	22.067 9	22.098 7	0.000 910
10 [#]	32.134 1	19.620 4	19.649 7	0.000 912	20 [#]	31.245 4	21.921 6	21.949 5	0.000 893

表2 21[#]—40[#]NR生胶试样的杂质质量分数检测结果

试样	m_0/g	m_1/g	m_2/g	X	试样	m_0/g	m_1/g	m_2/g	X
21 [#]	29.886 4	18.326 5	18.352 8	0.000 880	31 [#]	30.325 4	17.302 5	17.330 9	0.000 937
22 [#]	30.125 4	19.365 7	19.392 2	0.000 880	32 [#]	31.325 7	18.035 6	18.065 8	0.000 964
23 [#]	31.236 5	20.354 1	20.382 4	0.000 906	33 [#]	33.354 4	19.026 5	19.059 9	0.001 001
24 [#]	32.158 0	19.658 9	19.690 1	0.000 970	34 [#]	29.232 6	19.035 0	19.062 6	0.000 944
25 [#]	33.125 7	18.355 4	18.385 1	0.000 897	35 [#]	28.325 6	18.065 1	18.091 3	0.000 925
26 [#]	30.584 1	19.354 7	19.381 1	0.000 863	36 [#]	30.235 6	20.206 4	20.233 2	0.000 886
27 [#]	30.287 1	20.213 5	20.243 6	0.000 994	37 [#]	35.006 4	21.235 0	21.266 1	0.000 888
28 [#]	30.215 6	21.324 0	21.352 8	0.000 953	38 [#]	34.226 5	20.326 3	20.359 8	0.000 979
29 [#]	30.254 1	20.257 4	20.285 7	0.000 935	39 [#]	31.235 6	20.335 4	20.365 8	0.000 973
30 [#]	33.355 8	19.254 1	19.281 7	0.000 827	40 [#]	30.356 7	21.056 4	21.082 9	0.000 873

表3 杂质含量的绝对差和百分差

次数	绝对差	百分差	次数	绝对差	百分差
1	0.000 032	3.5	11	0	0
2	0.000 038	4.1	12	0.000 064	6.8
3	0.000 005	-0.6	13	0.000 033	3.8
4	0.000 012	1.2	14	0.000 041	4.2
5	0.000 146	14.8	15	0.000 108	12.2
6	0.000 037	3.9	16	0.000 028	2.8
7	0.000 042	4.6	17	0.000 057	5.9
8	0.000 144	15.7	18	0.000 039	4.3
9	0.000 055	6.0	19	0.000 090	9.7
10	0.000 017	1.9	20	0.000 100	10.9

3 不确定度

本工作所有称量在同一天平上进行,因此不确定度只需考虑 u_{rd} 和 u_{sys} 。随机效应导致的 X 的不确定度 $[u_{rd}(X)]$ 通过式(2)的贝塞尔公式计算得出。

$$u_{rd}(X) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{40} (X_i - \bar{X})^2}{40 - 1}} = 0.000 049 \quad (2)$$

随机效应导致的 \bar{X} 的相对标准不确定度 $[u_{rd,cel}(\bar{X})]$ 由式(3)计算得出。

$$u_{rd,cel}(\bar{X}) = \frac{u_{rd}(X)}{\bar{X}} = \frac{0.000 049}{0.000 927} = 0.053 \quad (3)$$

还应考虑式(1)中 m_0, m_1 和 m_2 的不确定度。 m_1 和 m_2 均从相同天平得出,二者相关且误差相差不大,来自天平的最大允许误差(MPEV)的相关系数(r)为±1, $u_{sys}(m)$ 为0; m_2 和 m_1 对 $\Delta m(m_2 - m_1)$ 的灵敏系数 $c(m_2)$ 和 $c(m_1)$ 分别为+1和-1,因此就只考虑随机效应导致的 m 的不确定度 $u_{rd}(m)$ 。 $u_{rd}(m)$ 已被式(2)所包括,因此不再予以考虑。

系统效应导致的 m_0 的不确定度 $u_{sys}(m_0)$ 由式(4)计算得出。

$$u_{sys}(m_0) = 0.6 \times \text{MPEV} = 0.6 \times 0.0015 = 0.000 9 \quad (4)$$

式(4)中,0.6为按均匀分布简化计算的转换因子,MPEV取0.001 5。

系统效应导致的 \bar{m}_0 的相对标准不确定度 $[u_{sys,cel}(\bar{m}_0)]$ 由式(5)计算得出。

$$u_{sys,cel}(\bar{m}_0) = \frac{u_{sys}(m_0)}{\bar{m}_0} = \frac{0.000 9}{31.200 0} = 0.000 03 \quad (5)$$

将式(3)和(5)合成,得到 \bar{X} 的相对合成标准不

确定度 $[u_{\text{cel}}(\bar{X})]$,见式(6)。

$$u_{\text{cel}}(\bar{X}) = \sqrt{u_{\text{rd,cel}}^2(\bar{X}) + u_{\text{sys,cel}}^2(\bar{m}_0)} = 0.053 \quad (6)$$

\bar{X} 的合成标准不确定度 $[u(\bar{X})]$ 由式(7)计算得出。

$$u(\bar{X}) = u_{\text{cel}}(\bar{X}) \times \bar{X} = 0.053 \times 0.000\ 927 = 0.000\ 049 \quad (7)$$

\bar{X} 的扩展不确定度 $[U(\bar{X})]$ 由式(8)计算得出。

$$U(\bar{X}) = K \times u(\bar{X}) = 2 \times u(\bar{X}) = 0.000\ 098 \quad (8)$$

式(8)中, K 为包含因子,取2。

4 结论

本工作NR生胶杂质质量分数检测的精密度符合GB/T 8086—2008要求,不确定度可表示为 $0.000\ 927 \pm 0.000\ 098$, K 为2,根据JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》,对应的置信水

平(P)约为95%,检测结果近似服从正态分布。通过相同条件下NR生胶杂质含量的精密度和不确定度分析可以看出,检测结果一致性好,分散性在可接受的范围内。

参考文献:

- [1] JJF 1001—2011,通用计量术语及定义[S].
- [2] 毕建光,蒋桂杰,王洪平.误差、准确度、精密度和不确定度的定义以及它们之间的关系[J].门窗,2004(1):30-31.
- [3] 张惊雷.橡胶硫化仪试验精密度的研究[J].橡胶工业,1998,45(10):620-622.
- [4] 孙桂英,朱军,马淑伟.促进剂DM纯度的测定[J].橡胶科技,2012,10(6):25-27.
- [5] 赵艳芬.橡胶灰分测定的不确定度评定[J].橡胶科技,2005,3(13):12-13.
- [6] 周奎武,朱凯,王忠寿.车轮弯曲疲劳试验机校准方法及主要测量项目不确定度评定[J].橡胶科技,2014,12(8):47-52.

收稿日期:2018-03-26

Precision and Uncertainty Analysis of Natural Rubber Impurity Content Determination

LI Kaipeng

(Hainan Products Quality Supervision & Testing Institute, Haikou 570203, China)

Abstract: The precision and uncertainty of natural rubber impurity content determination was analyzed. The results showed that, the precision of the impurity mass fraction met the requirements of GB/T 8086—2008, the uncertainty could be expressed as $0.000\ 927 \pm 0.000\ 098$, and the confidence level was about 95%. The tested data of impurity mass fraction obeyed normal distribution, which had good consistency and acceptable variation.

Key words: natural rubber; impurity content; determination; precision; uncertainty

2022年合成橡胶市值或达378亿美元

中图分类号:TQ332.2 文献标志码:D

据美国市场研究机构Markets and Markets的报告,预计到2022年世界合成橡胶市值达到378.2亿美元,2017—2022年世界合成橡胶市值的复合年增长率为5.5%。

研究报告指出,由于发展中国家对汽车的需求持续攀升,合成橡胶在轮胎生产中的消费量不断增长。中国和印度等国家汽车和交通运输业的快速发展将推动亚太地区轮胎行业的增长。预计到2022年,亚太地区将成为合成橡胶的最大市场,中

国将在亚太地区合成橡胶市场中占主导地位,日本、韩国和印度也会为推动亚太地区合成橡胶市场增长做出重要贡献。除了轮胎以外,合成橡胶在非轮胎用汽车配件、鞋类和工业制品等领域的应用日益增加,这也将推动合成橡胶市场的发展。

世界主要合成橡胶企业包括德国朗盛集团、中国石油化工集团公司、美国固特异公司、韩国锦湖石化公司、中国台湾台橡股份有限公司、俄罗斯尼日涅卡姆斯克石化公司、日本JSR公司、韩国LG化学公司、意大利Versalis公司和日本瑞翁公司等。

(朱永康)