

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4516—2025

天然胶乳 橡胶粒子粒径的测定 动态光散射法(DLS)

Natural rubber latex—Determination of rubber particle size—
Dynamic light scattering(DLS)

2025-01-09 发布

中华人民共和国农业农村部 发布



目 次

前言 II

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 试剂 1

6 仪器 1

7 取样和试样制备 2

8 试验步骤 2

9 结果表示 2

10 精密度 2

11 试验报告 2

附录 A(资料性) 精密度 4

参考文献 5

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。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。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。

本文件主要起草人：彭文凤、廖禄生、张福全、李一民、王兵兵、卢光、陈学华。



天然胶乳 橡胶粒子粒径的测定

动态光散射法(DLS)

警示——使用本文件的人员应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

本文件描述了采用动态光散射法(DLS)测定天然胶乳橡胶粒子粒径的方法。

本文件适用于新鲜和浓缩天然胶乳中橡胶粒子粒径的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8290 胶乳 取样

GB/T 8298 胶乳 总固体含量的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

天然胶乳中不同粒径橡胶粒子具有不同的布朗运动速率。当氩-氦激光光束照射到胶乳中时,布朗运动速率不同的橡胶粒子对入射光的散射强度不同,通过检测散射光强度的波动测定橡胶粒子的粒径。

5 试剂

仅使用确认的分析纯试剂。

5.1 水

GB/T 6682,一级。

5.2 氨水(CAS号:1336-21-6)

质量分数为25%~28%。

5.3 十二烷基硫酸钠(CAS号:151-21-3)溶液

称取2.5 g 十二烷基硫酸钠($C_{12}H_{25}NaSO_4$)置于500 mL烧杯中,精确至0.1 g,加水(5.1)至500 mL,摇匀,配制成质量分数为0.5%的溶液。

5.4 氯化钠(CAS号:7647-14-5)溶液

称取0.3 g 氯化钠(NaCl)置于500 mL烧杯中,精确至0.1 g,加水(5.1)至500 mL,摇匀,配制成0.6 g/L的溶液。

6 仪器

实验室常规仪器及以下仪器设备。

6.1 纳米粒度仪,动态光散射型,光源为He-Ne激光,检测器为雪崩光电二极管(APD),检测角度为 173° 。

- 6.2 涡旋混匀仪,能达到 800 r/min 转速。
- 6.3 试管,容量为 4 mL、5 mL。
- 6.4 塑料挤瓶,容量为 30 mL、50 mL。
- 6.5 玻璃样品瓶,容量为 40 mL。
- 6.6 电子天平,精确至 0.1 g。
- 6.7 样品瓶,容量为 1 L,具旋盖。内层应光滑并且与胶乳不发生化学反应,玻璃或某些塑料材质是合适的材料。

7 取样和试样制备

按 GB/T 8290 规定的方法抽取实验室样品于样品瓶(6.7)中,如果实验室样品的氨含量低于 0.7%,将其调节至 0.7%保存,按照 GB/T 8298 测定胶乳的总固体含量,在 7 d 内进行橡胶粒子粒径测定。

8 试验步骤

8.1 纳米粒度仪按下列条件设置:

- a) 仪器预热时间,30 min;
- b) 测定温度,25 ℃;
- c) 平衡时间,120 s;
- d) 标准样品参数设置,折光率:1.59,吸收:0.01;
- e) 分散剂,水。
- f) 上述操作参数为典型条件,可根据不同仪器特点,对给定的操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

8.2 将样品瓶(6.7)中的胶乳摇匀,并从中部位取 1.5 mL~2 mL 置于试管(6.3)中,然后从试管中取 1 mL 胶乳置于合适容量的塑料挤瓶(6.4)中,加入适量的十二烷基硫酸钠溶液(5.3)将胶乳的总固体含量稀释成 2%(质量分数),盖好盖子,用涡旋混匀仪(6.2)以 700 r/min~800 r/min 的转速混匀 40 s。

8.3 从塑料挤瓶中先挤出初始 3 滴~4 滴不用,再挤出约 0.2 mL(4 滴~5 滴)胶乳于玻璃样品瓶(6.5)中,加入 20 mL 氯化钠溶液(5.4),旋上玻璃样品瓶瓶盖,用涡转混匀仪以 700 r/min~800 r/min 的转速混匀 40 s,待测定。

8.4 按 8.1 设置好仪器参数后,根据仪器需要的样品量从玻璃样品瓶中间位置取适量的待测胶乳置于纳米粒度仪(6.1)的样品池中进行测量,读取平均粒径和多分散指数(PI)示数。

注:多分散指数(PI)是粒径分布宽度的量度,也作为仪器测定平均粒径数据可靠性的参考指标,PI 越接近 1,平均粒径的参考价值就越低。

8.5 重复 8.1~8.4 步骤,进行 3 次平行测定。

9 结果表示

试验结果以 3 次平行测定结果的算术平均值表示,精确至小数点后 1 位,单位为纳米(nm)。3 次平行测定结果的相对标准差应小于 5%。

10 精密度

见附录 A。

11 试验报告

试验报告应包括以下信息:

- a) 本文件的编号;
- b) 识别样品所需的全部细节;

- c) 仪器类型和型号；
- d) 试验结果及其表示单位；
- e) 试验期间出现的异常现象；
- f) 不包括在本文件或引用文件中的任何操作,以及其他任何被视为可选的操作；
- g) 试验日期。

附 录 A
(资料性)
精 密 度

A.1 总则

中国热带农业科学院农产品加工研究所于 2022 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 2 种新鲜天然胶乳(样品 1、样品 2)和 1 种浓缩天然胶乳(样品 3)。这些实验室在两日一组试验的每日进行了 3 次重复测定。每一试验日相隔 1 周。

A.2 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。

- a) 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 2 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。
- b) 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 2 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。
- c) 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 2 个实验室得到的 2 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 天然胶乳橡胶粒子粒径测定精密度数据

材料	平均值 (nm)	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	402.6	5.51	15.59	3.87	8.90	25.20	6.26	13.44	38.03	9.45	3
样品 2	299.9	3.22	9.11	3.04	3.39	9.60	3.20	4.75	13.44	4.48	3
样品 3	368.0	6.90	19.52	5.30	8.39	23.74	6.45	7.91	22.39	6.08	3
s_r ——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 19627 粒度分析 光子相关光谱法
 - [2] ISO 19983:2022 Rubber—Determination of precision of test methods
 - [3] ISO 22412:2017 Particle size analysis——Dynamic light scattering (DLS)
-