农业行业标准

《天然胶乳橡胶粒子 粒径测定 动态光散射法（DLS）》

（征求意见稿）

编

制

说

明

《天然胶乳橡胶粒子 粒径测定 动态光散射法（DLS）》起草组

2022年10月

一、工作简况

**（一）任务来源**

**1.任务来源**

根据《农业农村部农产品质量安全监管司关于下达2022年农业国家标准和行业标准制修订项目计划的通知》（农质标函〔2022〕66号），行业标准制定项目《天然胶乳橡胶粒子 粒径测定 动态光散射法（DLS）》（（农质标函〔2022〕66号-NYB-22260））由农业农村部农产品质量安全监管司提出，由农业农村部热带作物及制品标准化技术委员会归口，由中国热带农业科学院农产品加工研究所负责起草。

**2.本标准制定的意义**

天然橡胶是重要的战略资源，在国防装备、轨道交通、航空轮胎等高端应用领域发挥着不可替代的关键作用。“十四五”期间，有关部门提出“推进天然橡胶国产化”规划，核心任务之一是建立涵盖天然胶乳原料质量控制、加工技术、性能评价、产品分级等的天然橡胶标准体系。橡胶粒子是橡胶树乳管细胞中的一种特殊细胞器，其主要生物学功能是进行橡胶分子的生物合成。根据粒径大小，将橡胶粒子分为大橡胶粒子（粒径大于0.25 *μ*m）和小橡胶粒子粒径（粒径小于0.25 *μ*m）。橡胶粒子表面附着蛋白质和类脂物等关键非胶物质，并在橡胶粒子表面形成嵌合体薄膜，保护橡胶粒子的稳定性。不同粒径大小的橡胶粒子，蛋白质、类脂物等含量和分布等存在明显差异，导致大小橡胶粒子具有不同的物理网络结构和结晶等性能，进而带来天然橡胶胶乳原料和生胶性能的较大差异。然而，目前我国对天然胶乳橡胶粒子粒径的测定并未建立科学、合理、规范的检验方法，因此需制定科学测定天然胶乳橡胶粒子粒径的标准，为天然胶乳原料质量控制和高性能天然橡胶加工提供指导。

**（二）起草单位**

本标准由中国热带农业科学院农产品加工研究所负责起草，主要完成人：彭文凤、廖禄生、张福全、李一民、王兵兵、卢光、陈学华。

廖禄生为标准首席专家，全程指导标准的制定；彭文凤负责设计具体试验方案，并从制样方法和检测仪器原理的角度，探究准确测定天然胶乳橡胶粒子粒径方法，负责起草标准文本和撰写编制说明；张福全负责资料收集和试验方案的优化；陈学华、王兵兵负责胶乳的取样和在实验室内进行重复性和再现性比对验证；卢光、李一民负责标准文稿的审核。

**（三）主要工作过程**

任务下达前，标准起草小组积极查阅相关国际标准、国家标准和试验方法，从测试原理上确定适用于天然胶乳测试的技术和仪器参数，并开展了初步试验，验证了新鲜胶乳保存加氨用量梯度、适合仪器测试天然胶乳干胶含量范围选择、样品测试温度选择，以及样品搅拌混匀时间的确定等。

2022年4月，在行业标准制定项目计划下达后，按照项目任务拟定了工作大纲，进行了项目各参与成员的任务分工，确定了标准所需的技术内容，并开展了三方实验室比对实验，使用ISO 19983：2022进行实验结果的精密度分析。在上述工作的基础上，经过综合分析，确定了《天然胶乳橡胶粒子 粒径测定 动态光散射法（DLS）》征求意见稿。

二、标准编制原则和确定标准主要内容的依据

**（一）编制原则**

本标准严格按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》的技术要求进行编制起草，使标准在结构、语言表述和编排格式上符合统一的要求。

本标准的技术内容紧密联系天然橡胶产业的应用与发展需求，因此编制原则从以下方面考虑：

1. 规范天然胶乳橡胶粒子粒径测试的样品前处理制样方法；

2. 规范动态光散射法（DLS）测定天然胶乳橡胶粒子粒径的参数及条件设置；

3. 优化试验测试重复性的参数条件。

**（二）主要内容的依据**

**1. 适用范围**

本标准适用于新鲜和浓缩天然胶乳中橡胶粒子粒径的测定。

**2. 分技术要求进行逐条进行说明**

**（1）粒径测定仪器选择**

粒径测定的方法有很多，其中包括筛分法、沉降法、电镜法和激光法等。筛分法不能用于粒径细的样品，结果受人为因素和筛孔变形影响较大；沉降法测试时间长，操作比较复杂；电镜法虽然可以测试超细颗粒甚至纳米颗粒，但样品少，代表性差，且仪器价格昂贵，故目前最常用于粒径测定的方法是激光法。激光法操作简便，测试速度快，测试范围大，准确性好且仪器价格较电镜便宜。激光法分激光衍射法和动态光散射法（DLS），前者运用米氏散射理论，适用于微米级粒子的测定；后者运用斯托克斯-爱因斯坦方程，适用于纳米级粒子的测定。由于新鲜和浓缩天然胶乳中的多数橡胶粒子处在纳米级范围，所以本标准选用动态光散射法进行粒径的测定。

动态光散射（DLS）的工作原理是用激光照射粒子，并分析散射光的强度波动，利用斯托克斯-爱因斯坦方程，计算出粒子的大小。当激光照射到粒子上时，粒子会使光散射。粒子的粒径越大，产生的散射光的θ角就越小；粒子的粒径越小，产生的散射光的θ角就越大。当测定的粒子粒径越小时，就要选用检测角度越大的仪器才能使得结果更为准确。目前市场上有三种检测角度的粒度仪，分别是90°、173°和175°。检测角度为90°和173°的粒度仪比较常见且运用较广，而检测角度175°的粒度仪较为少见。针对天然胶乳中橡胶粒子的特性，选用检测角度为173°的粒度仪。

**表1 不同仪器测试结果比对表**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | Brookhaven Nano Brook 90Plus | Malvern Zetasizer Nano ZS90 | Malvern Zetasizer Advance Pro | Malvern Zetasizer Advance Ultra | Malvern MS3000 | Horiba/LA-960S |
| 工作原理 | 动态光散射法 | 动态光散射法 | 动态光散射法 | 动态光散射法 | 激光衍射法 | 激光衍射法 |
| 检测角度 | 90° | 90° | 173° | 90°、173° | — | — |
| 新鲜胶乳1平均粒径测量值(nm) | 405.0 | — | 367.8 | 427.6 | 748.0 | 938.6 |
| 新鲜胶乳2平均粒径测量值(nm) | 625.1 | 571.4 | 372.4 | — | 801.0 | 970.9 |

**（2）新鲜胶乳保存加氨用量的选择**

本实验设计了不同氨含保存新鲜胶乳，并测试不同氨含天然胶乳橡胶粒子的粒径，结果见下表。

**表2 不同加氨含量样品保存时间比对表**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 加氨含量 | 储存条件 | 取到样品时间 | 样品腐败时间 |
| 常温 | +4℃ |
| 1 | 73397品系鲜胶乳 |  | √ | 2021.12.7上午9:30 | 2021.12.9下午15:30（2天） |
| 2 | 73397品系鲜胶乳+0.08%NH3 |  | √ | 2021.12.9下午15:30（2天） |
| 3 | 73397品系鲜胶乳+0.2%NH3 | √ |  | 2021.12.13上午（5天） |
| 4 | 73397品系鲜胶乳+0.7%NH3 | √  |  | — |
| 5 | 873品系鲜胶乳 |  | √ | 2021.12.7上午11:00 | 2021.12.9下午15:30（2天） |
| 6 | 873品系鲜胶乳+0.08%NH3 |  | √ | 2021.12.9下午15:30（2天） |
| 7 | 873品系鲜胶乳+0.2%NH3 | √ |  | 2021.12.10上午9:30（3天） |
| 8 | 873品系鲜胶乳+0.7%NH3 | √ |  | — |

**表3 73397品系新鲜胶乳不同加氨含量测试结果比对表**

|  |  |
| --- | --- |
| 样品 | 重复性（%） |
| 新鲜天然胶乳（无氨） | 13.99 |
| 0.08%加氨天然胶乳 | 8.94 |
| 0.2%加氨天然胶乳 | 3.79 |
| 0.7%加氨天然胶乳 | 0.71 |

由表2可知，鲜胶乳和0.08%氨含的鲜胶乳需要在低温下保存，且无氨、0.08%和0.2%氨含的鲜胶乳保存时间较短，不利于样品的实际运输与测量。由表3可以看出，随着氨含量的增高，天然胶乳橡胶粒子粒径测试的重复性逐渐优化，这说明了氨水的加入，可以稳定天然胶乳，延长胶乳的腐败和凝结时间。考虑到天然胶乳采割，运输等所消耗的时间，选取在天然胶乳加入0.7%氨的保存方式。

**（3）适合仪器测试天然胶乳浓度（固体含量）范围选择**

参照ISO 22412-2017附录D乳胶悬浮液的制备方法设置浓度梯度，设置1%~10%浓度（固体含量）梯度实验，进行新鲜胶乳粒径测试适合的浓度（固体含量）范围探究实验。

选用固体含量约为32.68%的新鲜胶乳进行实验，由于粒径测定最后上机部分只需少量样品溶液即可测量，所以从摇匀后的样品瓶中间部位取1mL新鲜胶乳稀释成实验所需的浓度（固体含量）。每个浓度梯度样品二次稀释完成后取样放进仪器进行测定，每个样品测定三次，取平均值。

**表4 不同浓度（固体含量）新鲜胶乳测试结果比对表**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 浓度（固体含量） | 平均粒径（nm） | 重复性（%） | PI平均值 |
| 1% | 375.8 | 4.79 | 0.416 |
| 2%  | 375.0 | 0.74 | 0.469 |
| 3% | 387.1 | 2.83 | 0.435 |
| 4% | 481.6 | 1.11 | 0.538 |
| 5% | 443.3 | 1.88 | 0.494 |
| 6% | 524.0 | 2.20 | 0.521 |
| 7% | 646.6 | 2.62 | 0.545 |
| 8% | 415.8 | 1.03 | 0.474 |
| 9% | 572.8 | 1.31 | 0.538 |
| 10% | 628.4 | 1.53 | 0.547 |

如表4所示，浓度（固体含量）高的样品比浓度（固体含量）低的粒径测试结果大。尽管大橡胶粒子和团聚粒子数目占比很小，但胶乳浓度（固体含量）增加，样品池中单元内的颗粒数就会随之增加，激光照射到大粒子和团聚粒子的概率会增大，从而使得测试结果偏大。每个梯度样品测定三次，计算重复性，可以发现浓度（固体含量）为2%时，重复性最好。

后续为了方便取样，不用每次取样都需要花时间摇匀样品，且频繁摇晃样品会使橡胶粒子团聚，也会促使样品凝固，故实验设计一次摇匀样品后，取三份平行样备用，每份分别取1.5~2 mL于4mL离心管中，再分别稀释和测量三份平行样品，取平均值。

**（4）样品混匀条件确定**

样品混匀常用的方法有磁力搅拌、超声、摇床、漩涡混匀。经试验发现，磁力搅拌混匀样品会导致橡胶粒子团聚，使得粒径增大，且分散指数PI大于1，测量数据不准确；超声分散效果也不佳，测试结果的重复性为9.11%；摇床震荡程度不剧烈且耗时较长，样品并不能很好分散均匀，测量结果重复性为13.84%；漩涡混匀涡旋剧烈，耗时短，样品能够均匀分散开，测量结果重复性好，为1%，且漩涡混匀仪价格低廉，在实验室中较为常见，故选择旋涡混匀的方法混匀样品。

**表5 漩涡混匀样品时长对测试结果的影响**

|  |  |
| --- | --- |
| 漩涡混匀时间（s） | 重复性（%） |
| 20 | 1.88 |
| 30 | 2.76 |
| 40 | 1.37 |
| 50 | 3.22 |

由表5可知，使用漩涡混匀仪混匀样品40 s时，重复性最好，混匀程度最佳。

**（5）稀释溶液的选择**

本标准中设计样品的稀释分两步，第一步是先用质量分数为0.5%的十二烷基硫酸钠溶液将样品的固体含量稀释成2%。十二烷基硫酸钠作为常见的稳定剂，其加入可使得样品在稀释和漩涡混匀时保持稳定，由下表6可知，0.5%的十二烷基硫酸钠溶液作为稀释溶液时测量结果重复性最好。

**表6 不同稳定剂溶液稀释样品对测试结果的影响**

|  |  |
| --- | --- |
| 溶液名称 | 重复性（%） |
| 蒸馏水 | 7.22 |
| 0.5%平平加“O”溶液 | 3.47 |
| 0.3%的十二烷基硫酸钠溶液 | 1.68 |
| 0.5%的十二烷基硫酸钠溶液 | 0.81 |

第二步是参照ISO 22412-2017附录D乳胶悬浮液的制备方法，取4滴第一步的稀释溶液加入20 mL10 mmol/L（0.6g/L）的氯化钠溶液进行稀释。动态光散射法的粒度仪测量出粒子的粒径是流体力学半径，流体力学半径包括粒子的真实物理尺寸和双电层厚度。橡胶粒子带有阴电荷，有较为舒展的双电层，若用蒸馏水稀释则会获得较大的流体力学半径，比粒子的真实物理尺寸大，故而选用10 mmol/L（0.6g/L）的氯化钠溶液进行稀释，压缩双电层厚度，使得流体力学半径更接近粒子的真实物理尺寸。



 **a)低离子强度 b）高粒子强度**

**图1 不同离子强度溶液中粒子流体力学半径示意图**

第二步中的塑料挤瓶样品摇匀后前3~4滴要舍弃掉，以防样品存在污染或样品太稀。

**（6）样品测试温度选择**

本实验设计不同的测试温度，所得的测试结果如下表7所示。

**表7 不同测试温度下多分散指数PI比对表**

|  |  |
| --- | --- |
| 测试温度（℃） | 多分散指数PI |
| 20 | 0.518 |
| 25 | 0.499 |
| 30 | 0.836 |

由表7可以看出，温度为30℃时，样品测试的多分散指数PI值很大，说明温度升高后，天然胶乳中橡胶粒子的运动剧烈，粒径分布很宽，有部分大粒子存在，也即表明了温度升高，橡胶粒子容易团聚成橡胶大粒子，不利于测试。20℃和25℃样品测试的多分散指数PI值相差不大，由于天然胶乳的保存运输等往往都在常温下进行，故选择样品测试温度为25℃。

三、主要试验或验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

**（一）主要试验或验证的分析、综述报告**

针对《天然胶乳橡胶粒子 粒径测定 动态光散射法（DLS）》行业标准的内容，标准起草小组组织开展了验证试验，参与单位有广州华晰检测技术中心（实验室A）、广东省粤尚检测技术中心（实验室B）和农业农村部热带作物产品加工重点实验室（实验室C）。按照标准要求规定，对样品1、样品2（不同品系新鲜天然胶乳）和样品3（浓缩天然胶乳）中橡胶粒子粒径的进行测定，每个实验室被要求由同一实验员在两试验天的每一试验天内进行三次测量，使用ISO 19983：2022的进行精密度分析，ITP结果及补充统计数据见表8～表10。

**表8 样品1的ITP结果及补充统计数据**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **实验室p,p=3** | **天q，q=2** | **测量n,n=3** | **平均值yij.** | **天平均值yi..** | **天标准差Si** |
| A | 1 | 405.9 | 425.2 | 428.3 | 419.8 | 412.5 | 10.3 |
| 2 | 406.7 | 402.9 | 405.9 | 405.2 |
| B | 1 | 409.7 | 407.6 | 404.5 | 407.3 | 405.3 | 2.8 |
| 2 | 401.2 | 406.5 | 402.3 | 403.3 |
| C | 1 | 397.3 | 394.2 | 395.5 | 395.7 | 390.1 | 7.9 |
| 2 | 380.7 | 384.7 | 388.1 | 384.5 |

**表9 样品2的ITP结果及补充统计数据**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **实验室p,p=3** | **天q，q=2** | **测量n,n=3** | **平均值yij.** | **天平均值yi..** | **天标准差Si** |
| A | 1 | 302.3 | 298.8 | 302.0 | 301.0 | 302.1 | 1.5 |
| 2 | 305.6 | 299.6 | 304.1 | 303.1 |
| B | 1 | 309.3 | 297.9 | 301.5 | 302.9 | 302.0 | 1.2 |
| 2 | 303.6 | 301.7 | 298.1 | 301.1 |
| C | 1 | 299.5 | 296.5 | 297.9 | 298.0 | 295.7 | 3.2 |
| 2 | 291.4 | 295.7 | 293.3 | 293.5 |

**表10 样品3的ITP结果及补充统计数据**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **实验室p,p=3** | **天q，q=2** | **测量n,n=3** | **平均值yij.** | **天平均值yi..** | **天标准差Si** |
| A | 1 | 372.6 | 369.4 | 371.5 | 371.2 | 366.2 | 7.1 |
| 2 | 362.2 | 359.7 | 361.5 | 361.1 |
| B | 1 | 372.5 | 369.2 | 368.4 | 370.0 | 371.9 | 2.6 |
| 2 | 374.1 | 371.2 | 375.9 | 373.7 |
| C | 1 | 345.1 | 362.8 | 373.4 | 360.4 | 365.9 | 7.7 |
| 2 | 379.9 | 370.2 | 363.7 | 371.3 |

评价离群值时，使用孟德尔*h*统计量和*k*统计量这两种度量。模型的*h*和*k*统计量是通过当天重复测试数据的平均值计算出来的。使用表8到表10中的数据，实验室离散度之间的*h*值和实验室离散度之间的*k*值由以下公式确定。

$$ℎ\_{i}=\frac{\overbar{y}\_{i∙∙}−̿}{\sqrt{\frac{1}{\left(p−1\right)}\sum\_{i=1}^{p}\left(\overbar{y}\_{i∙}−̿\right)^{2}}}$$

$$k\_{i}=s\_{i}\sqrt{\frac{p}{\sum\_{i=1}^{p}s\_{i}^{2}}}$$

得到的*h*值和*k*值见表11和表12。

**表11 获得的*h*值**

|  |  |
| --- | --- |
| **实验室** | ***hi*** |
| **样品1** | **样品2** | **样品3** |
| 1 | 0.87 | 0.59 | -0.53 |
| 2 | 0.24 | 0.57 | 1.15 |
| 3 | -1.10 | -1.14 | -0.62 |

**表12 获得的*k*值**

|  |  |
| --- | --- |
| **实验室** | ***k*i** |
| **样品1** | **样品2** | **样品3** |
| 1 | 1.03 | 0.75 | 1.14 |
| 2 | 0.28 | 0.60 | 0.42 |
| 3 | 0.79 | 1.60 | 1.23 |

根据ISO 19983：2022，当p为3时，临界*h*值为1.15，临界*k*值为1.65。将表11和表12中*h*和*k*值与相应的临界值进行比较。没有一个超过临界值，因此得出结论，结果中没有异常值，所有数据都是有效的。

采用ISO 19983：2022的方法A对ITP结果进行精密度分析，需要来自两天试验[以*j* (*j* = 1, 2, …, *q*) 表示]的数据[以*k* (*k* = 1, 2, …, *n*) 表示] 以产生精密度表（见表13）；本文件中*q* = 2，因此在*p*间实验室[以 *i* (*i* =1, 2, ..., *p*) 表示]中(*j* = 1, 2)进行的。表13显示了三个样品使用方法A进行精度评价所需的补充统计数据。

**表13 三个样品的补充统计数据**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **实验室p,p=3** | **天q，q=2** | **样品1** | **样品2** | **样品3** |
| **数据总和Tij.** | **天总和Ti.** | **数据总和Tij.** | **天总和Ti.** | **数据总和Tij.** | **天总和****Ti.** |
| A | 1 | 1259.4 | 2474.9 | 903.1 | 1812.4 | 1113.5 | 2196.9 |
| 2 | 1215.5 | 909.3 | 1083.4 |
| B | 1 | 1221.8 | 2431.8 | 908.7 | 1812.1 | 1110.1 | 2231.3 |
| 2 | 1210.0 | 903.4 | 1121.2 |
| C | 1 | 1187.0 | 2340.5 | 893.9 | 1774.3 | 1081.3 | 2195.1 |
| 2 | 1153.5 | 880.4 | 1113.8 |
| 注：实验室总数量为*p*：i=1,2,.....*p*每间实验室总共有两天结果：*j* = 1, 2。每天进行了总共r次测量：*k* = 1, 2, …, *n*。 |

将表8～表10和表13的这些值分别应用于方差分析表（例如表14），以生成各个样品的方差分析表（见表15～表17）。

**表14 得到的样品的方差分析表**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **来源** | **平方和** | **自由度** | **均方** | **预期平均值** |
| 实验室 | *S*L  | *p*-1  | *V*L= *S*L/(*p*–1)  | *σ*M2+3*σ*D2+6*σ*L2 |
| 天 | *S*D  | *p*  | *V*D= *S*D/ *p* | *σ*M2+3*σ*D2 |
| 测量 | *S*M  | 2*p*(*n*-1)  | *V*M= *S*M/2*p*(*n*-1)  | *σ*M2 |
| 总和 | *S*T  | 2*pn*-1 |  |  |
| **注：**$$S\_{T}=\sum\_{i}^{}\sum\_{j}^{}\sum\_{k}^{}y\_{ijk}^{2}−\frac{T^{2}}{pqn}$$$$S\_{L}=\sum\_{i}^{}\frac{T\_{i}^{2}}{qn}−\frac{T^{2}}{pqn}$$$$S\_{D}=\sum\_{i}^{}\sum\_{j}^{}\frac{T\_{ij}^{2}}{n}−\sum\_{i}^{}\frac{T\_{i}^{2}}{qn}$$$$S\_{M}=\sum\_{i}^{}\sum\_{j}^{}\sum\_{k}^{}y\_{ijk}^{2}−\sum\_{i}^{}\sum\_{j}^{}\frac{T\_{ij}^{2}}{n}$$ |

**表15 得到的样品1的方差分析表**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **来源** | **平方和** | **自由度** | **均方** | **预期平均值** |
| 实验室 | 1569.81 | 2 | 784.91 | 784.91 |
| 天 | 531.45 | 3 | 177.15 | 177.15 |
| 测量 | 364.27 | 12 | 30.36 | 30.36 |
| 总和 | 2465.53 | 17 |  |  |

**表16 得到的样品2的方差分析表**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **来源** | **平方和** | **自由度** | **均方** | **预期平均值** |
| 实验室 | 160.04 | 2 | 80.02 | 80.02 |
| 天 | 41.45 | 3 | 13.82 | 13.82 |
| 测量 | 124.33 | 12 | 10.36 | 10.36 |
| 总和 | 325.82 | 17 |  |  |

**表17 得到的样品3的方差分析表**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **来源** | **平方和** | **自由度** | **均方** | **预期平均值** |
| 实验室 | 138.72 | 2 | 69.36 | 69.36 |
| 天 | 347.58 | 3 | 115.86 | 115.86 |
| 测量 | 571.07 | 12 | 47.59 | 47.59 |
| 总和 | 1057.37 | 17 |  |  |

根据各个样品的方差分析表（表15～表17），得到样品的方差分量估计（见表18）。

**表18 样品的方差分量估计**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **方差分量** | **样品1** | **样品2** | **样品3** |
| **实验室间方差分量，σL2** | 101.29 | 11.03 | -7.75 |
| **日间方差分量，σD2** | 48.93 | 1.15 | 22.76 |
| **重复性方差分量，σM2** | 30.36 | 10.36 | 47.59 |
| **日间重复性方差，srD2** | 79.29 | 11.51 | 70.35 |
| **再现性方差，sR2** | 180.58 | 22.55 | 62.60 |
| **重复性，r** | 15.59 | 9.11 | 19.52 |
| **日间重复性，rD** | 25.20 | 9.60 | 23.74 |
| **再现性，R** | 38.03 | 13.44 | 22.39 |
| 注：$σ\_{L}^{2}=\frac{1}{2n}\left(V\_{L}−V\_{D}\right)$$$σ\_{D}^{2}=\frac{1}{n}\left(V\_{D}−V\_{M}\right)$$$$σ\_{M}^{2}=V\_{M}$$$$s\_{rD}^{2}=σ\_{M}^{2}+σ\_{D}^{2}$$$$s\_{R}^{2}=σ\_{M}^{2}+σ\_{D}^{2}+σ\_{L}^{2}$$*r*=2.83*σ*M*r*D=2.83*s*rD*R***=**2.83*s*R |

根据以上数据，确定精密度数据，见表19。

**表19 精密度数据**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **材料** | **平均值** | **在实验室内， 日内** | **在实验室内， 日间的** | **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 |
| *sr*——实验室内标准差；*r* ——重复性（以测定单位表示）；(*r*)——相对重复性；*s*rD——日间重复性标准差；*r*D——日间重复性；(*r*D)——相对日间重复性；*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。 |

**（二）技术经济论证、预期的经济效果**

实施《天然胶乳橡胶粒子 粒径测定 动态光散射法（DLS）》的标准后，预计可以根据下游生产企业的不同需求， 利用天然胶乳橡胶粒子粒径大小对制品性能的影响来提高天然胶乳的附加值，从而提升热区人民的收入，具有显著的经济和社会效益。同时，会促进科研人员对天然胶乳中橡胶粒子的研究工作，促进天然橡胶结构与性能的进一步探索。

四、采用国际标准和国外先进标准的程度

无。

五、与现行的法律法规和强制性国家标准的关系

本标准与有关现行的法律、法规和强制性标准没有冲突。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准（草案）在制定过程中尚未出现重大分歧意见。

七、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议本标准作为推荐性标准发布实施。

八、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织实施、技术措施、过渡办法等）

（一）本标准宣贯时应包括下列内容：

1. 介绍本标准制定的原因、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。

（二）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. 由标准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

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予说明的事项

无。

《天然胶乳橡胶粒子 粒径测定 动态光散射法（DLS）》起草小组

2022年10月13日