|  |  |
| --- | --- |
| ICS  | 83.040.10 |
| CCS  | B 72 |

|  |
| --- |
| NY |

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXXX—XXXX

天然胶乳橡胶粒子 粒径测定动态光散射法（DLS）

Natural rubber particle—Determination of partical size

—Dynamic light scattering（DLS）

（本草案完成时间：2022-10-13）

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国农业农村部  发布

1. 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。

本文件由中华人民共和国农业农村部农产品质量安全监管司提出。

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保护措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

* 1. 范围

本文件确立了利用动态光散射法（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。

* 1. 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。

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

橡胶粒子在天然胶乳介质中做布朗运动，He-Ne激光光束照射到胶乳中，被橡胶粒子散射的光在173°角被检测器记录，并传送至相关接收器。

* 1. 试剂

除非另有说明，仅使用确认的分析纯试剂。

* + 1. 水

GB/T 6682，一级。

* + 1. 氨水（CAS 1336-21-6）

质量分数为25%~28%。

* + 1. 十二烷基硫酸钠（CAS 151-21-3）

称取2.5 g十二烷基硫酸钠（C12H25NaSO4），溶于500 mL水，摇匀，配制成浓度为17 mmol/L（质量分数为0.5%）的十二烷基硫酸钠溶液。

* + 1. 氯化钠溶液（CAS 7647-14-5 ）

称取0.3 g氯化钠（NaCl），溶于500 mL水，摇匀，配制成浓度为10 mmol/L（0.6g/L）的氯化钠溶液。

* 1. 仪器

实验室常规仪器及以下仪器设备。

* + 1. 纳米粒度仪，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°。
		2. 漩涡混匀仪，能达到800 rpm/m以上转速。
		3. 塑料管，容量为4 mL、5 mL。
		4. 移液枪，容量为100 μL~1000 μL。
		5. 塑料挤瓶，容量为30 mL、50 mL。
		6. 玻璃样品瓶，容量为40 mL。
		7. 电子天平，精确至0.1 g。
	1. 取样和试样制备
		1. 取样

按GB/T 8290规定的方法取样后，加至0.7%氨水保存，在7天内进行胶乳平均粒径的测试。

* + 1. 试样制备

按照GB/T 8298测定胶乳的总固体含量。

摇匀样品瓶中的胶乳后用吸管从样品瓶中间部位取1.5~2 mL胶乳于塑料管中，然后用移液枪从塑料管中取1 mL胶乳于适合容量的塑料挤瓶中，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%，盖好盖子，用漩涡混匀仪（6.2）700 rpm~800 rpm混匀40 s。

打开盖子，从塑料挤瓶中挤4滴胶乳于玻璃样品瓶中（前面3~4滴不要用），加入20 mL氯化钠溶液（5.4），旋上玻璃样品瓶瓶盖，用漩涡混匀仪700 rpm~800 rpm混匀40 s，待测量。

* 1. 试验步骤
		1. 动态光散射原理纳米粒度仪参考条件
			1. 仪器预热时间，30 min；
			2. 测试温度，25℃；
			3. 平衡时间，120 s；
			4. 标准样品参数设置：折光率：1.59，吸收：0.01；
			5. 分散剂，水。

按8.1设置好仪器参数后，用移液枪从步骤7.2.3的玻璃样品瓶中间位置取适量（依据仪器需要的样品量而定）的待测胶乳于纳米粒度仪的样品池中进行测量，待仪器测量结束后读取示数。

* + 1. 测量次数

同份样品取三次平行进行测量。

* 1. 结果表示

平均粒径结果为三次平行测量的平均值，数值精确至小数点后一位，单位为nm。三次平行测量值的重复性RSD要小于5%。

按式（1）计算平均粒径结果：

 $\overline{x}=\frac{1}{N}\sum\_{i=1}^{N}x\_{i}$ ()

标准偏差：

 $s\_{N−1}=\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{N}(x\_{i}−\overline{x})^{2}}{N−1}}$ ()

重复性RSD：

 $δ=\frac{S\_{N−1}}{\overline{x}}×100\%$ ()

式中：$N—\overline{x}的x\_{i}（i=1…N）$。

* 1. 精密度

见附录A。

* 1. 试样报告

试样报告应包括以下信息：

1. 本文件的编号；
2. 标识样品的所有详细内容；
3. 仪器类型和型号；
4. 测量结果；
5. 试验期间出现的异常现象；
6. 实验日期。
7.
8. （资料性）
精密度
	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三次重复测定。每一试验日相隔一周。

* 1. 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。。

1. 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两次试验平均值之差，平均每20 次不多于1 次超过表A.1所列的日内重复性。
2. 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两次试验平均值之差，平均每20次不多于1次超过表A.1所列的日间重复性。
3. 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两个实验室得到的两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**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **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（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 22412:2017 Particle size analysis一Dynamiclight scattering (DLS)

