|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 83.040.10 |
| CCS | B72 |

|  |
| --- |
| NY |

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXXX—XXXX

浓缩天然胶乳 热稳定度的测定 转筒法

Natural rubber latex concentrate—Determination of thermal stability—Rotating cylinder method

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

（本草案完成时间：2025.9.10）

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国农业农村部  发布

目次

[前言 II](#_Toc207982686)

[1 范围 1](#_Toc207982687)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc207982688)

[3 术语和定义 1](#_Toc207982689)

[4 原理 1](#_Toc207982690)

[5 试剂 1](#_Toc207982691)

[6 仪器 2](#_Toc207982692)

[7 试验步骤 2](#_Toc207982693)

[8 结果表示 2](#_Toc207982694)

[9 精密度 3](#_Toc207982695)

[10 试验报告 3](#_Toc207982696)

[附录A（资料性） 精密度 4](#_Toc207982697)

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、云南省天然橡胶及咖啡产品质量监督检验站。

本文件主要起草人：。

浓缩天然胶乳 热稳定度的测定 转筒法

* 1. 范围

本文件描述了测定浓缩天然胶乳热稳定度的方法。

本文件适用于浓缩天然胶乳热稳定度的测定,也可用于预硫化天然胶乳热稳定度的测定,不一定适用于改性天然胶乳热稳定度的测定。

* 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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987,MOD）

GB/T 8290 胶乳 取样(GB/T 8290—2021，ISO 123:2001,MOD)

GB/T 8298 胶乳 总固体含量的测定(GB/T 8298—2017，ISO 124:2014,MOD)

GB/T 8300 浓缩天然胶乳 碱度的测定(GB/T 8300—2016，ISO 125:2011,IDT)

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

氧化锌和氯化铵以及一定浓度的氨水混合时能发生化学反应，生成锌氨络离子:

ZnO + 2NH4+ + 2NH3 = Zn(NH3)42+ + H2O

在常温下锌氨络离子压缩胶乳粒子双电层能力较小，不易引起胶乳的迅速胶凝。随着胶乳温度的上升,上述反应方程发生下列变化:

Zn(NH3)42+ = Zn(NH3)32+ + NH3 = …… = Zn2+ + 4NH3

锌氨络离子的活性随结合氨量的减少而增加。锌氨络离子的活性愈大，压缩胶乳粒子双电层使粒子电动电位降低的能力愈大，从而使胶乳粒子稳定性下降的作用就愈明显。锌离子还可以和吸附在胶乳粒子上的高级脂肪酸生成不溶性锌皂，从而降低胶乳的稳定性。在一定温度下，经过一定的作用时间，上述因素使胶乳发生不可逆胶凝。胶乳发生胶凝时，其粘度急剧增加。通过粘度计可观察到胶乳胶凝时粘度的变化过程。

* 1. 试剂
     1. 基本要求

除超级恒温器外，在规定用水的地方，都应使用蒸馏水或 GB/T 6682 中3级以上的水。

使用的试剂都应是确认的分析纯以上的试剂。

* + 1. 氨水溶液
       1. 质量分数为10%的氨水

用量筒量取110 mL氨水，注入盛有150 g水的小口瓶中，加盖摇匀，并用GB/T 601中c(HCl)=0.5 mol/L 的标准盐酸滴定溶液进行标定。

* + - 1. 质量分数为0.70%的氨水

用25 mL环标刻度吸管吸取18 mL质量分数为10%的氨水，注入盛有200 g水的250 mL容量瓶中，加水定容至刻度并摇匀，制得质量分数为0.70%的氨水。

* + 1. 锌氨络离子溶液

称取3.00 g氧化锌和4.00 g氯化铵，置于200 mL的小口瓶中。用25 mL环标刻度吸管吸取20 mL质量分数为10%的氨水加入该小口瓶，加盖摇匀，待氧化锌溶解后，加水稀释至130 g。此时该溶液的锌离子质量分数浓度为1.85%，氨的质量分数浓度为1.50%。

1. 锌氨络离子溶液的氨含量应控制在质量分数的1.50%～1.60%之间,配制好的溶液不含有混浊或白色沉淀。
   1. 仪器

普通的实验室仪器，以及下列仪器。

* + 1. 超级恒温器

工作范围为10℃～95℃，温度波动范围±1/15℃。

* + 1. 秒表

精度为0.1 s。

* + 1. 胶乳热稳测定仪

测定容器参数:直径为16.4 mm±0.02 mm、深度为82 mm±1 mm，转子参数:外径为12.1 mm±0.02 mm、内径为10.0 mm±0.02 mm、长度为50 mm±0.06 mm，转子转速为750 r/min。

1. 胶乳热稳测定仪也称为旋转粘度计，常用型号为NDJ-79，同济大学机电厂有售。给出这一信息是为了方便本文件的使用者，并不表示对这一产品的认可。
   1. 试验步骤
      1. 仪器搭建

将超级恒温器（6.2）的恒温水用胶管与胶乳热稳测定仪（6.4）测定容器的夹套连接，使胶乳热稳测定仪测定容器的温度控制在70℃±0.1℃。

* + 1. 样品制备

按GB/T 8290取样。

按GB/T 8298测定试样的总固体含量。

按GB/T 8300测定试样的氨含量。

* + 1. 试样制备

称取总质量为33.0 g的胶乳置于100 mL的广口瓶中，然后用质量分数为10%的氨水（5.2.1）或质量分数为0.70%的氨水（5.2.2）和水调节胶乳至氨含量为0.70%±0.01%、总固体含量为55.0%，充分摇匀，并控制上述胶乳的温度不高于30℃。

* + 1. 热稳定度测定

用25 mL烧杯称取7.3中的胶乳12.0 g，用5 mL环标刻度吸管加入3.00 mL锌氨络离子溶液(5.3)，并用短玻璃棒稍作搅拌后，立即全部倾入胶乳热稳测定仪测定容器内[此时胶乳氨的质量分数含量应为0.87%±0.01%]，尽快启动胶乳热稳测定仪，并同时启动秒表（6.3）。指针平稳越过“60”时，即为终点，应立即停机，并同时停下秒表。

* 1. 结果表示

将开始搅拌至到达终点的时间(s)作为浓缩天然胶乳的热稳定度。每个样品应做两个平行测定，结果取其算术平均值。两个测定结果之差不应大于它们平均值的5%，否则，应重新测定。

* 1. 精密度

见附录A。

* 1. 试验报告

试验报告应包括下列内容:

1. 本文件的编号；
2. 样品的所有详细内容；
3. 胶乳的热稳定度，准确至0.1 s；
4. 测定容器的温度；
5. 试验期间出现的异常现象；
6. 不包括在本文件或规范性引用文件的任何操作以及被认为是可选择的任何操作；
7. 试验日期。
9. （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2025年按ISO 19983:2024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3种浓缩天然胶乳（样品A、样品B和样品C）。这些实验室在两日一组试验的每日进行了五次重复测定。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 19983:2024所述的离群值剔除程序获得结果。

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。
   1. 浓缩天然胶乳热稳定度测定精密度

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **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A | 45.0 | 1.16 | 3.27 | 7.27 | 1.06 | 3.01 | 6.69 | 1.07 | 3.02 | 6.71 | 3 |
| 样品B | 65.8 | 1.10 | 3.12 | 4.73 | 1.02 | 2.90 | 4.41 | 1.08 | 3.05 | 4.64 | 3 |
| 样品C | 108.0 | 1.56 | 4.41 | 4.08 | 1.50 | 4.26 | 3.94 | 1.47 | 4.17 | 3.86 | 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）。 | | | | | | | | | | | |

