



中国合成橡胶工业协会团体标准

T/CSRIA XXXX—2024

合成橡胶胶乳 平均粒径及粒径分布的测定 动态光散射法

Synthetic rubber latex—Determination of average particle size dynamic light—
Scattering (DLS) method

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

中国合成橡胶工业协会 发布

合成橡胶胶乳 平均粒径及粒径分布的测定 动态光散射法

1 范围

本标准描述了采用动态光散射纳米粒度仪测定合成胶乳平均粒径及粒径分布的方法。

本标准适用于单分散性合成橡胶胶乳（包括丁苯胶乳、丁腈胶乳、丁吡胶乳）平均粒径和粒径分布的测定。

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 8170 数值修约规则与极限数字的表示和判定
- GB/T 8290 胶乳 取样
- GB/T 8298 胶乳 总固物含量的测定
- GB/T 29022 粒度分析 动态光散射法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

实验室样品 laboratory sample
用于实验室检验，能代表一批产品的一定量胶乳。

3.2

平均粒径 average diameter
反映粒度分布中值的流体动力学直径。

3.3

多分散指数 polydispersity index
PI
用于描述粒度分布宽度的无量纲量。
注：对于单分散球形颗粒样品，PI通常小于0.07。

3.4

折射率 refraction index
RI
光在真空中的传播速度与光在该介质中的传播速度之比。

4 原理

合成橡胶胶乳主要组成为水、乳化剂和乳胶粒，其中乳胶粒是由苯乙烯、丁二烯、丙烯腈等单体通过乳液聚合形成悬浮于水中的纳米级颗粒。乳胶粒由于与悬浮介质（水）分子间的相互作用而持续做不规则的布朗运动。在极低浓度下，悬浮液粘度和温度已知时，依据斯托克斯—爱因斯坦理论，测量乳液中的乳胶粒运动，确定乳胶粒的大小。

动态光散射法利用激光器发射相干单色光，经入射光路透过分散均匀的待测样品，散射光信号经检测器转换为电信号，光子相关器对该电信号进行光子计数和自相关运算，最后由数据处理系统得到样品中颗粒的平均粒径大小和粒径分布。

5 试剂或材料

5.1 玻璃烧杯

容量至少为500 mL。

5.2 玻璃棒

5.3 石英比色皿

光程为1 cm，四面透光。

注：比色皿光程宜按照仪器说明书确定。当仪器说明书规定的比色皿光程大于1 cm时，应延长装有待测样品的比色皿在仪器样品池内的恒温时间。

5.4 擦拭纸

吸水纸或光学玻璃专用擦拭纸。

5.5 一次性吸管

容量约3mL。

5.6 不锈钢筛网

孔径为 $75\ \mu\text{m} \pm 3\ \mu\text{m}$ （约200目）。

5.7 水

蒸馏水或纯度相当的水（GB/T 6682规定的一级水）。

5.8 乳胶微粒粒度标准物质

平均粒径200nm或与待测样品粒径大小接近，且多分散指数小于0.070。

注：乳胶微粒粒度标准物质是具有一种或多种规定特性足够均匀且稳定的材料，一般可为单分散交联聚苯乙烯乳胶悬浮液。

6 仪器设备

6.1 动态光散射纳米粒度仪

动态光散射纳米粒度仪包括以下部分：

a) 激光器：产生单色偏振光束，电场分量垂直于由入射光和探测光线构成的平面。常见的有气体激光器、固体激光器、激光二极管等；

b) 样品池：4mL、温控范围 5°C~90°C，误差在 $\pm 0.3^\circ\text{C}$ 范围内；

c) 散射角：90°；

d) 光子检测器：其输出与散射光强度成比例。常见的有光电倍增管、雪崩光电二极管等；

e) 信号处理单元：可以捕获随时间变化的光强信号，同时输出所捕获信号的自相关、互相关函数或功率谱；

f) 计算单元：可进行信号处理并得到粒径和粒径分布。

6.2 超声仪

功率不超过40 W。

7 样品

7.1 取样

按照GB/T 8290规定的方法之一取样。

7.2 制样

- 7.2.1 按照 GB/T 8298 的规定测定实验室样品总固物含量。
- 7.2.2 用不锈钢筛网（5.6）过滤实验室样品，得到过滤后的样品 A。
- 7.2.3 用一次性吸管（5.5）取一定质量样品 A（如实验室样品总固物含量在 50%左右时，取约 0.10g～0.16g 样品 A）至玻璃烧杯（5.1）中，加约 400mL 水（5.7），充分搅匀，制得待测样品 B，使得待测样品 B 的理论总固物含量为 0.0125%～0.0200%。

8 试验步骤

8.1 校准仪器

- 8.1.1 打开仪器电源开关，预热 15 min～30 min；
- 8.1.2 按仪器说明书要求用胶乳微粒粒度标准物质（5.8）校准动态光散射纳米粒度仪（6.1）。

8.2 胶乳粒径的测定

- 8.2.1 取已制备好的待测样品 B，加入洁净的比色皿（5.3）中，加至三分之二刻度处，确保样品内无气泡，盖上比色皿盖；

注：比色皿内若有气泡，可用超声法去除，气泡去除后需要擦干比色皿外壁。每超声10 s观察一次，直至气泡完全消失，若两分钟内无法消除气泡，须重新清洗比色皿后继续实验。

- 8.2.2 将比色皿放入样品池，静置 1 min～2 min；
- 8.2.3 在仪器分析软件界面输入样品信息和测定参数。典型测定参数见表 1。

表1 典型测定参数

项目	参数
温度	25 °C±0.5 °C
恒温时间	120 s
待测乳胶粒折射率RI	1.590
分散介质（水）折射率RI	1.330

- 8.2.4 根据仪器说明书判断测量结果的可靠性。如测量结果不可靠，则弃用本次测量数据，并仔细检查比色皿内是否存在未消除的微小气泡或杂质；
- 8.2.5 重复测定三次，记录待测胶乳的平均粒径及 PI 值；
- 8.2.6 清洗比色皿待用，关闭仪器。

注：清洗剂可选用超纯水或无磨损性的洗涤剂。用清洗剂（洗瓶装）彻底冲洗比色皿内外壁和顶盖，直至清洗液无乳白色和可见杂质。

9 试验数据处理

直接从粒径仪测试报告中读取试样的平均粒径 和多分散指数PI值。平均粒径 单位为nm，结果表示到小数点后一位；多分散指数PI无量纲，结果表示到小数点后三位。

10 精密度

见附录A。

11 试验报告

- 试验报告应包含以下内容：
- a) 本文件的编号；

T/CSRIA XXXX-2024

- b) 试验条件，包括温度、待测胶乳折射率 RI、分散介质（水）折射率等；
- c) 观察到的异常现象；
- d) 本文件或引用文件中未包括的任何自选操作；
- e) 试验日期。

附录 A
(规范性)
精密度

A.1 总则

按照GB/T 6379.2的规定确定了方法的精密度。按照实验室间精密度试验方案（ITP），选择9个不同胶乳样品，分别是羧基丁苯胶乳、羧基丁腈胶乳、丁苯吡啶胶乳、丁苯胶乳、丁腈胶乳、氯丁胶乳。在6个不同实验室开展精密度试验，每个实验室对每个样品重复测定5次，重复测定时过滤后的样品A重新按照7.2.3的规定进行稀释。

A.2 精密度结果

A.2.1 精密度数值（95%置信水平）见表A.1。

A.2.2 重复性：在重复性条件下获得的两次独立测试结果的差值或相对差值不大于表A.1中的 r 值或 (r) 值。

A.2.3 再现性：在再现性条件下获得的两次独立测试结果的差值或相对差值不大于表A.1中的 R 值或 (R) 值。

表A.1 精密度数值

水平	平均值/mm	实验室内重复性			实验室间再现性			实验室数量 ^a
		S_r	r	(r)	S_R	R	(R)	
SBRL1	69.3	0.276	0.780	1.13	3.129	8.849	12.77	3
SBRL2	92.8	0.414	1.172	1.26	2.367	6.695	7.21	4
XSBRL	164.0	0.512	1.448	0.88	13.437	38.004	23.17	4
NBRL1	85.3	0.629	1.780	2.09	3.578	10.119	11.87	5
NBRL2	110.5	0.536	1.516	1.37	3.789	10.718	9.70	4
XNBRL1	113.9	0.707	1.999	1.76	5.897	16.679	14.64	6
CRL1	132.1	0.705	1.994	1.51	10.946	30.961	23.44	6
CRL2	156.7	0.870	2.460	1.57	8.212	23.227	14.82	6
PSBRL	88.9	0.279	0.790	0.89	0.541	1.529	1.72	3
表中所列符号定义如下： S_r ——重复性标准差，以测量单位表示； r ——重复性，以测量单位表示； (r) ——相对重复性，以平均值的百分数表示； S_R ——再现性标准差，以测量单位表示； R ——再现性，以测量单位表示； (R) ——相对再现性，以平均值的百分数表示。								
^a 此列数字表示通过曼德尔 h 和 k 统计量检测剔除离群值后的实验室数量。								

参 考 文 献

[1] GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法.

团体标准
《合成橡胶胶乳 平均粒径及粒径分布的测
定 动态光散射法》
编制说明

团体标准工作小组

2024 年 6 月

一、工作简况

1、任务来源

根据中国合成橡胶工业协会中合胶协字〔2022〕18 号的通知，由杭州龙驹合成材料有限公司负责制定团体标准“合成橡胶胶乳 平均粒径及粒径分布的测定 动态光散射法”，完成时间 2023.1～2024.12。

2、主要工作过程

2023.1-2023.6: 起草单位讨论并拟定粒径测试实验方案；

2023.6-2023.9: 起草单位向各参与单位(共六家实验室)发送实验方案及样品调查表，收集了 6 个胶种共 14 个不同牌号的样品及样品信息，并向各实验室分发胶乳样品；

2023.9-2023.12: 各实验室按照粒径测试实验方案开展粒径检测，汇总各参与单位（包括起草单位）的试验结果；

2024.1-2024.6: 进行精密度实验，确定方法的实验室内重复性和实验室间再现性；完成标准征求意见稿(含编制说明)。

3、主要参加单位和人员分工

(1) 主要参加单位

杭州龙驹合成材料有限公司、中国石油兰州化工中心、福建亮晶晶新材料有限公司、河北昊泽化工有限公司、山纳合成橡胶有限责任公司、江苏亚泰化工有限公司。

(2) 人员分工

二、标准编制原则和确定团体标准主要内容的论据,解决的主要问题

1、编制原则

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》的规定对文本进行编写。按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度和精密度）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》的规定确定了方法的精密度。

2、确定主要内容的论据

本测定方法参考了 GB/T 29022-2021《粒度分析 动态光散射法（DLS）》、ASTM D1417-16 Standard Test Methods for Rubber Latices-Synthetic 及起草单位测定设备说明书。

三、主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证，预期产生的效益；

1、主要试验分析

开展了两次粒径检测试验。第一次粒径检测试验，收集了各个实验室检测时遇到的问题并据此调整了粒径检测标准中规定的稀释浓度；第二次组织各参加实验室进行精密度实验，确定了测定方法的精密度，完成试验总结。主要试验验证及试验报告见附件。

2、预期的效果

本文件的制定为合成橡胶胶乳粒径检测提供一种快速、准确的测定方法，有助于合成橡胶胶乳工艺技术研究、新产品开发和产品质量控制等，对我国合成胶乳生产领域具有重要的指导意义。

四、与国际、国外同类标准水平的对比情况，国内外关键指标对比分析或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况；

GB/T 29022-2021《粒度分析 动态光散射法（DLS）》为指导性标准，没有针对合成橡胶胶乳的粒径检测方法，也没有精密度数据。ASTM D1417-16 Standard Test Methods for Rubber Latices-Synthetic 仅以 Malvern 粒径仪进行描述，胶乳受限。

五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系；

本标准与现行法律、法规和强制性国家标准相协调，无冲突。

六、重大分歧意见的处理经过和依据；

无。

七、标准涉及专利的处置；

无。

八、贯彻团体标准的要求和措施建议；

建议发布后 3 个月实施。

九、代替或废止现行有关标准的建议；

无。

十、其他应予说明的事项。

无。

合成橡胶胶乳 平均粒径及粒径分布的测定 动态光散射法

1. 仪器

1.1 动态光散射纳米粒度仪

激光器：产生单色偏振光束，电场分量垂直于由入射光和探测光线构成的平面。

常见的有气体激光器、固体激光器、激光二极管等；

样品池：4mL、温控范围 5-90℃，误差在±0.3℃范围内；

散射角：90°；

光子检测器：其输出与散射光强度成比例。常见的有光电倍增管、雪崩光电二极管等；

信号处理单元：可以捕获随时间变化的光强信号，同时输出所捕获信号的自相关、互相关函数或功率谱；

计算单元：可以通过信号处理得到粒径和粒径分布。

1.2 超声仪

功率约 40W

2.2 试剂与材料

2.1 玻璃烧杯：容量至少为 500mL；

2.2 玻璃棒

2.3 比色皿：1cm、石英材质、四面透光；

2.4 擦拭纸：吸水纸或光学玻璃专用擦拭纸；

2.5 一次性吸管：3mL

2.6 不锈钢筛网：孔径为 $75\mu\text{m}\pm 3\mu\text{m}$ （约 200 目）；

2.7 超纯水：蒸馏水或纯度相当的水（GB/T 6682 规定的一级水）；

2.8 乳胶微粒粒度标准物质：平均粒径 200nm 或待测样品粒径大小接近，且多分散指数小于 0.070。

注：乳胶微粒粒度标准物质是具有一种或多种规定特性足够均匀且稳定的材料，一般可为单分散交联聚苯乙烯乳胶悬浮液。

3. 样品

（1）丁苯胶乳 SBR 1500E；

（2）羧基丁苯胶乳 3610；

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/236202243242010220>