GB/T ××××-××××《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定 微杜马斯燃烧法》（征求意见稿）编制说明

1 简况

1.1 任务来源

根据国家标准化管理委员会国标委〔2019〕40号文件“国家标准化管理委员会关于下达2019年第四批推荐性国家标准计划的通知”，国家标准制定项目《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定 微杜马斯燃烧法》（计划号20194357-T-606），由中国石油和化学工业联合会提出，全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会天然橡胶分技术委员会（全国橡标委天然橡胶分会）归口，中国热带农业科学院农产品加工研究所负责起草。

1.2 本标准制定的意义

天然胶乳的含氮物质主要为是蛋白质，蛋白质含氮量为一般16%，故只要测得其氮含量后，乘上6.25便可得到胶乳蛋白质含量。鲜胶乳的蛋白质含量约占胶乳重的1～2%，是构成橡胶粒子保护层的重要物质。在制胶过程中，一部分胶乳蛋白质随乳清流走，剩下的则仍然留在初加工产品里。蛋白质对天然橡胶生胶性能的影响有利弊两方面：一方面，其分解产物具有促进橡胶硫化和防止氧化的作用，是橡胶的天然硫化促进剂和防老剂；而另一方面，由于蛋白质具有较强的吸水性和导电性，蛋白质含量高的橡胶容易吸潮长霉，也不利于制作绝缘性好的电工器材，更重要的是蛋白质含量高的天然橡胶生热性大，动态性能差。总的说来，蛋白质含量高，对橡胶性能是有害的。胶清橡胶（制造浓缩天然胶乳时，离心机分离出来的胶清所制得的天然橡胶）质量差，其主要原因便是蛋白质含量特别高（一般在10%以上）。氮含量指标可用来防止在胶乳橡胶中掺入胶清橡胶或其他含氮物质；蛋白质对天然胶乳制品的影响主要体现在蛋白质过敏方面，因为天然胶乳制品中某些残留的可溶性蛋白质已被证实是引起胶乳过敏的过敏原。因此，天然生胶和天然胶乳的氮含量是衡量其质量的重要指标之一。

现行的国家标准GB/T 8088－2008《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定》（ISO 1656:1996，MOD）采用凯氏定氮法（常量法和半微量法）测定天然生胶及胶乳中的氮含量。该方法对测定天然生胶和天然胶乳的含量，保证产品的质量，起到了很好的作用。但其存在的问题是，在样品的消化处理过程中，由于采用的是普通加热方式，需时较长且操作烦琐，其滴定是用人手进行，对测定结果亦可能产生影响。

国际标准化组织于2015年发布ISO 19051:2015《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定 微杜马斯燃烧法》，采用微杜马斯燃烧法，通过元素分析仪测定氮含量，其特点为快速、安全和环境友好。因此，采用ISO 19051:2015制定相应的国家标准，将为测定天然生胶和天然胶乳的氮含量提供一种新的方法，有利于对加工工艺和产品质量控制，对天然橡胶加工科技进步也有积极意义。

1.3 主要工作过程

2019年12月，在国家标准修订项目计划下达后，成立了标准修订小组，拟定工作大纲，进行任务分工。

根据本标准拟制定的技术要求，标准起草小组深入生产单位考察、调研，在了解GB/T 8088－2008《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定》采用凯氏定氮法测定天然生胶及胶乳中氮含量的实施情况的同时，通过与相关单位的技术人员和管理人员讨论《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定 微杜马斯燃烧法》标准制定的技术内容，听取各单位的意见。针对采用国际标准ISO 19051:2015的技术内容，全国橡标委天然橡胶分会秘书处组织开展了天然生胶和天然胶乳采用微杜马斯燃烧法，通过元素分析仪测定氮含量的验证试验，参与单位有中策橡胶集团有限公司产品测试中心（实验室A）、思通检测技术有限公司（实验室B）、青岛青科智慧橡塑科技有限公司（实验室C）和双钱集团上海轮胎研究所有限公司（实验室D）。按照ISO 19051:2015的技术要求，对4个天然生胶样品A（胶清橡胶）、B（烟胶片）、C（5号胶）和G（WF胶）以及3个使用浓缩天然胶乳干燥后制成的样品D、E和F的氮含量进行测定，每个样品重复3次试验、每次试验结果以双份平行测定结果平均值计，结果见表1～表4。为了便于比较，将表1～表4计算所得的结果平均值（）以及本次验证试验的实验室内标准差（*S*r）、实验室间标准差（*S*R）、重复性估算值（*r*）和再现性估算值（*R*）、相对重复性[（r）]、相对再现性[（R）]也列于表5中。与此同时，海南省天然橡胶质量检验站按GB/T 8088－2008《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定》的凯氏定氮法中的半微量法对上述7个样品的氮含量进行测定，结果与前三个实验室的试验结果比较列表6。在上述工作的基础上，经过综合分析，确定了本标准的征求意见稿。现发送给教学、科研、生产、检验等单位的专家、工程技术人员广泛征求意见。

表1 实验室A氮含量检测结果表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 第一次测定 | | | 第二次测定 | | | 第三次测定 | | | 平均值 |
| 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 |
| A | 2.31 | 2.26 | 2.29 | 2.44 | 2.51 | 2.48 | 2.3 | 2.3 | 2.30 | 2.35 |
| B | 0.59 | 0.57 | 0.58 | 0.64 | 0.61 | 0.63 | 0.65 | 0.62 | 0.64 | 0.61 |
| C | 0.49 | 0.46 | 0.48 | 0.54 | 0.54 | 0.54 | 0.48 | 0.47 | 0.48 | 0.50 |
| D | 0.41 | 0.36 | 0.39 | 0.48 | 0.42 | 0.45 | 0.43 | 0.53 | 0.48 | 0.44 |
| E | 0.34 | 0.42 | 0.38 | 0.42 | 0.34 | 0.38 | 0.44 | 0.38 | 0.41 | 0.39 |
| F | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.52 | 0.47 | 0.50 | 0.44 | 0.42 | 0.43 | 0.45 |
| G | 0.62 | 0.58 | 0.60 | 0.65 | 0.65 | 0.65 | 0.62 | 0.62 | 0.62 | 0.62 |

表2 实验室B氮含量检测结果表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 第一次测定 | | | 第二次测定 | | | 第三次测定 | | | 平均值 |
| 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 |
| A | 2.37 | 2.38 | 2.38 | 2.32 | 2.33 | 2.33 | 2.31 | 2.32 | 2.32 | 2.34 |
| B | 0.57 | 0.58 | 0.58 | 0.56 | 0.58 | 0.57 | 0.56 | 0.57 | 0.57 | 0.57 |
| C | 0.40 | 0.40 | 0.40 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.39 | 0.38 | 0.39 | 0.40 |
| D | 0.30 | 0.29 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.29 | 0.31 | 0.30 | 0.30 |
| E | 0.34 | 0.35 | 0.35 | 0.33 | 0.36 | 0.35 | 0.32 | 0.33 | 0.33 | 0.34 |
| F | 0.32 | 0.31 | 0.32 | 0.29 | 0.30 | 0.30 | 0.35 | 0.32 | 0.34 | 0.32 |
| G | 0.54 | 0.54 | 0.54 | 0.57 | 0.58 | 0.58 | 0.56 | 0.55 | 0.56 | 0.56 |

表3 实验室C氮含量检测结果表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 第一次测定 | | | 第二次测定 | | | 第三次测定 | | | 平均值 |
| 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 |
| A | 2.35 | 2.35 | 2.35 | 2.35 | 2.36 | 2.36 | 2.36 | 2.36 | 2.36 | 2.36 |
| B | 0.62 | 0.60 | 0.61 | 0.57 | 0.56 | 0.57 | 0.52 | 0.60 | 0.56 | 0.58 |
| C | 0.45 | 0.45 | 0.45 | 0.46 | 0.46 | 0.46 | 0.45 | 0.44 | 0.45 | 0.45 |
| D | 0.39 | 0.38 | 0.39 | 0.40 | 0.38 | 0.39 | 0.41 | 0.41 | 0.41 | 0.40 |
| E | 0.43 | 0.44 | 0.44 | 0.45 | 0.42 | 0.44 | 0.49 | 0.46 | 0.48 | 0.45 |
| F | 0.44 | 0.42 | 0.43 | 0.43 | 0.45 | 0.44 | 0.45 | 0.45 | 0.45 | 0.44 |
| G | 0.65 | 0.64 | 0.65 | 0.65 | 0.66 | 0.66 | 0.65 | 0.67 | 0.66 | 0.65 |

表4 实验室D氮含量检测结果表

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 第一次测定 | | | 第二次测定 | | | 第三次测定 | | | 平均值 |
| 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 | 平行1 | 平行2 | 平均值 |
| A | 2.45 | 2.44 | 2.45 | 2.42 | 2.42 | 2.42 | 2.42 | 2.44 | 2.43 | 2.43 |
| B | 0.72 | 0.70 | 0.71 | 0.73 | 0.72 | 0.73 | 0.76 | 0.78 | 0.77 | 0.74 |
| C | 0.54 | 0.55 | 0.55 | 0.55 | 0.54 | 0.55 | 0.57 | 0.55 | 0.56 | 0.55 |
| D | 0.45 | 0.46 | 0.46 | 0.43 | 0.42 | 0.43 | 0.43 | 0.43 | 0.43 | 0.44 |
| E | 0.45 | 0.44 | 0.45 | 0.44 | 0.44 | 0.44 | 0.46 | 0.47 | 0.47 | 0.45 |
| F | 0.46 | 0.44 | 0.45 | 0.51 | 0.51 | 0.51 | 0.44 | 0.46 | 0.45 | 0.47 |
| G | 0.78 | 0.77 | 0.78 | 0.72 | 0.74 | 0.73 | 0.75 | 0.76 | 0.76 | 0.75 |

表5 四家实验室氮含量测定验证试验结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 测定次数 | 实验室A平均值 | 实验室B平均值 | 实验室C平均值 | 实验室D平均值 |
| A | 1 | 2.29 | 2.38 | 2.35 | 2.45 |
| 2 | 2.48 | 2.33 | 2.36 | 2.42 |
| 3 | 2.30 | 2.32 | 2.36 | 2.43 |
|  | 2.35 | 2.34 | 2.36 | 2.43 |
| Sr | 0.11 | 0.03 | 0.00 | 0.01 |
| r | 0.30 | 0.09 | 0.01 | 0.04 |
| (r) | 12.70 | 3.89 | 0.60 | 1.46 |
| SR | 0.04 | | | |
| R | 0.12 | | | |
| (R) | 5.02 | | | |
| B | 1 | 0.64 | 0.56 | 0.61 | 0.71 |
| 2 | 0.63 | 0.57 | 0.57 | 0.73 |
| 3 | 0.64 | 0.57 | 0.56 | 0.77 |
|  | 0.63 | 0.57 | 0.58 | 0.74 |
| Sr | 0.01 | 0.01 | 0.03 | 0.03 |
| r | 0.02 | 0.01 | 0.08 | 0.09 |
| (r) | 3.41 | 2.50 | 13.48 | 12.02 |
| SR | 0.08 | | | |
| R | 0.22 | | | |
| (R) | 34.83 | | | |
| C | 1 | 0.48 | 0.40 | 0.45 | 0.55 |
| 2 | 0.48 | 0.42 | 0.46 | 0.55 |
| 3 | 0.48 | 0.39 | 0.45 | 0.56 |
|  | 0.48 | 0.40 | 0.45 | 0.55 |
| Sr | 0.00 | 0.02 | 0.01 | 0.01 |
| r | 0.01 | 0.05 | 0.02 | 0.02 |
| (r) | 1.71 | 12.37 | 4.79 | 4.46 |
| SR | 0.06 | | | |
| R | 0.17 | | | |
| (R) | 37.20 | | | |
| D | 1 | 0.39 | 0.30 | 0.39 | 0.46 |
| 2 | 0.45 | 0.30 | 0.39 | 0.43 |
| 3 | 0.48 | 0.30 | 0.41 | 0.43 |
|  | 0.44 | 0.30 | 0.40 | 0.44 |
| Sr | 0.05 | 0.00 | 0.01 | 0.02 |
| r | 0.14 | 0.01 | 0.04 | 0.05 |
| (r) | 31.35 | 2.74 | 9.48 | 10.42 |
| SR | 0.07 | | | |
| R | 0.19 | | | |
| (R) | 47.38 | | | |
| E | 1 | 0.38 | 0.35 | 0.44 | 0.45 |
| 2 | 0.38 | 0.35 | 0.44 | 0.44 |
| 3 | 0.33 | 0.33 | 0.48 | 0.47 |
|  | 0.36 | 0.34 | 0.45 | 0.45 |
| Sr | 0.03 | 0.01 | 0.02 | 0.01 |
| r | 0.09 | 0.03 | 0.07 | 0.04 |
| (r) | 24.85 | 9.66 | 14.58 | 8.32 |
| SR | 0.06 | | | |
| R | 0.16 | | | |
| (R) | 41.11 | | | |
| F | 1 | 0.42 | 0.32 | 0.43 | 0.45 |
| 2 | 0.50 | 0.30 | 0.44 | 0.51 |
| 3 | 0.34 | 0.34 | 0.45 | 0.45 |
|  | 0.42 | 0.32 | 0.44 | 0.47 |
| Sr | 0.08 | 0.02 | 0.01 | 0.03 |
| r | 0.23 | 0.06 | 0.03 | 0.10 |
| (r) | 54.37 | 17.97 | 6.43 | 20.86 |
| SR | 0.07 | | | |
| R | 0.19 | | | |
| (R) | 46.37 | | | |
| G | 1 | 0.60 | 0.54 | 0.65 | 0.78 |
| 2 | 0.65 | 0.58 | 0.66 | 0.73 |
| 3 | 0.62 | 0.56 | 0.66 | 0.76 |
|  | 0.62 | 0.56 | 0.65 | 0.75 |
| Sr | 0.03 | 0.02 | 0.01 | 0.02 |
| r | 0.07 | 0.05 | 0.02 | 0.06 |
| (r) | 11.43 | 8.93 | 3.31 | 8.47 |
| SR | 0.08 | | | |
| R | 0.23 | | | |
| (R) | 35.79 | | | |

表6 两种测定方法结果对比

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 微杜马斯燃烧法  四家实验室平均值 | GB/T 8088－2008  [凯氏定氮法（半微量法）] | 相对误差 |
| A | 2.37 | 2.21 | 0.16 |
| B | 0.63 | 0.54 | 0.09 |
| C | 0.48 | 0.43 | 0.05 |
| D | 0.40 | 0.28 | 0.12 |
| E | 0.41 | 0.37 | 0.04 |
| F | 0.42 | 0.37 | 0.05 |
| G | 0.65 | 0.56 | 0.09 |

2 国家标准编写原则和确定国家标准主要内容的论据

2.1标准编制原则

2.1.1本标准按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》和GB/T 1.2-2020《标准化工作导则 第2部分：以ISO/IEC标准化文件为基础的标准化文件起草规则》的规定编制，使标准在结构、语言表述和编排格式上符合统一的要求。

2.1.2在标准的名称、技术要求结构和内容、用语等方面与橡胶和橡胶制品标准体系（特别是天然橡胶系列标准）保持一致。

2.2 确定标准主要内容的论据

本标准在试验验证的基础上等同采用19051：2015《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定 微杜马斯燃烧法》。

3 主要试验（或验证）的分析、综述报告、技术经济论证和预期的经济结果

3.1主要试验（或验证）的分析

表5为四家实验室氮含量测定验证试验结果，从表5看出，实验室内标准差（*S*r）和实验室间标准差（*S*R）结果总体不错。表6为微杜马斯燃烧法和按GB/T 8088-2008《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定》的凯氏定氮法（半微量法）两种测定方法的结果比对表，从表6出，除了样品A和D的结果差异大一些外，其余结果差别不大，验证试验结果总体来还是较好的，说明用微杜马斯燃烧法测定天然生胶和天然胶乳的氮含量是可行的。

3.2技术经济论证和预期的经济效果

本次标准制定，采用微杜马斯燃烧法，通过元素分析仪测定氮含量，其特点为快速、安全和环境友好。为测定天然生胶和天然胶乳的氮含量提供一种新的方法，有利于对加工工艺和产品质量控制，对天然橡胶加工科技进步也有积极意义。

4 采用国际标准和国外先进标准的程度以及与国际、国外同类标准水平的对比情况

本标准采用翻译法等同采用现行有效的19051:2015《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定 微杜马斯燃烧法》，具有国际水平。

本标准没有需要界定的术语，但是为了符合GB/T 1.1-2020对标准结构的要求，还是增加了“术语和定义”一章，这属于GB/T 1.2-2020的4.1.2.1中“允许的结构调整”。

5 本标准与有关现行法律、法规和强制性标准没有冲突。

6 本标准（征求意见稿）在制定过程中尚未出现重大意见分歧。

7 建议本标准作为推荐性标准发布实施。

8.1 本标准宣贯时应包括系列内容：

（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。

8.2 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）由本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。

9 废止现行有关标准的建议

无废止标准建议，因为本标准为首次发布。

10 其它需要说明的事项

无。

《天然生胶和天然胶乳 氮含量的测定 微杜马斯燃烧法》起草小组

2021年9月17日