

# 中华人民共和国国家标准

LY/T 1302-1999

五 倍 子

Gallnuts

1986-02-13发布

1986-10-01实施

国家标准局 批准

## 五 倍 子

GB 5848—86

Gallnuts

## 1 引言

1.1 本标准适用于中国所产的五倍子。五倍子系瘿绵蚜科 (pemphigidae) 的一些蚜虫, 寄生在漆树科 (anacardiaceae) 盐肤木属 (rhus) 一些植物复叶的叶翅、小叶和总轴上所形成的虫瘿, 五倍子是我国传统的林特产品, 国际上称为“中国五倍子” (chinese gallnuts)。

五倍子富含五倍子单宁, 主要用于加工单宁酸和没食子酸等化工、医药产品。

1.2 五倍子在商品上划分为三类: 肚倍类 (包括肚倍、枣铁倍、蛋肚倍、蛋铁倍、红小铁枣、黄毛小铁枣和米倍)、角倍类 (包括角倍、倍蛋和圆角倍) 和倍花类 (包括倍花、铁倍花、红倍花和周氏倍花)。

## 2 技术要求

## 2.1 外观性状

肚倍为长椭圆形或椭圆形, 无角状突起, 角倍多呈菱形, 具不规则角状突起, 倍花呈菊花或鸡冠花状。倍表一般为黄褐色或灰褐色, 倍壳质硬声脆, 断面淡黄褐色, 具光泽。应无潮湿, 无霉烂, 无掺假、掺杂。

2.2 五倍子技术指标应符合下表要求:

| 指 标 名 称       | 肚 倍  |      | 角 倍  |      | 倍 花  |
|---------------|------|------|------|------|------|
|               | 一 级  | 二 级  | 一 级  | 二 级  |      |
| 个体数, 个/500g ≤ | 80   | 130  | 100  | 180  |      |
| 夹杂物, % ≤      | 0.6  | 1.0  | 0.6  | 1.0  | 3.0  |
| 水 分, % ≤      | 14.0 | 14.0 | 14.0 | 14.0 | 14.0 |
| 单 宁(干基计), % ≥ | 67.0 | 63.0 | 64.0 | 60.0 | 30.0 |

## 3 检验方法

## 3.1 个体数的测定

## 3.1.1 方法提要

统计500g完整倍子中的个数。

## 3.1.2 测定手续

称取完整的倍子约500g, 称准至0.5g。统计倍子个数, 个体数 ( $X_1$ ) 以500g中含完整倍子个数表示, 按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{n}{m} \times 500 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $n$ ——倍子数, 个;

$m$ ——完整倍子的质量, g。

**3.2 夹杂物含量的测定****3.2.1 方法提要**

拣出细枝、碎叶和砂砾等夹杂物称重。

**3.2.2 测定手续**

称取试样约500g，称准至0.5g。放入搪瓷盘内，用镊子拣出细枝、碎叶或砂砾等夹杂物称重。夹杂物含量（ $X_2$ ）用百分数表示，按式（2）计算：

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中： $m_1$ ——夹杂物的质量，g；

$m$ ——试样的质量，g。

**3.3 水分含量的测定****3.3.1 方法提要**

试样置于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 温度下，干燥至恒重。

**3.3.2 样品制备****3.3.2.1 用具**

- a. 铜研钵。
- b. 20目标准筛：孔径1mm。

**3.3.2.2 制备手续**

取压碎供检的试样约250g，倒入盘内拣去夹杂物，除去虫尸（虫尸百分数在报告中注明）。用四分法缩分至约125g，倒入研钵内分次研碎和过筛，应避免研得过细，至全部通过20目筛孔，盛入具磨塞的广口瓶中，备测定水分和单宁含量用。

**3.3.3 仪器**

- a. 恒温干燥箱：温度能正常控制在 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 。
- b. 分析天平：感量0.1mg。
- c. 称量瓶：25×40mm。
- d. 干燥器：用硅胶作干燥剂。

**3.3.4 测定手续**

在已恒重的称量瓶中，称取试样约2g，称准至0.0001g，置于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 恒温干燥箱中烘干，移入干燥器中冷却至室温后称重。重复进行至恒重，水分含量（ $X_3$ ）用百分数表示，按式（3）计算：

$$X_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad (3)$$

式中： $m$ ——干燥前试样的质量，g；

$m_1$ ——干燥后试样的质量，g。

**3.3.5 精密度**

平行测定两结果之差不大于0.2%，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

**3.4 单宁含量的测定****3.4.1 方法提要**

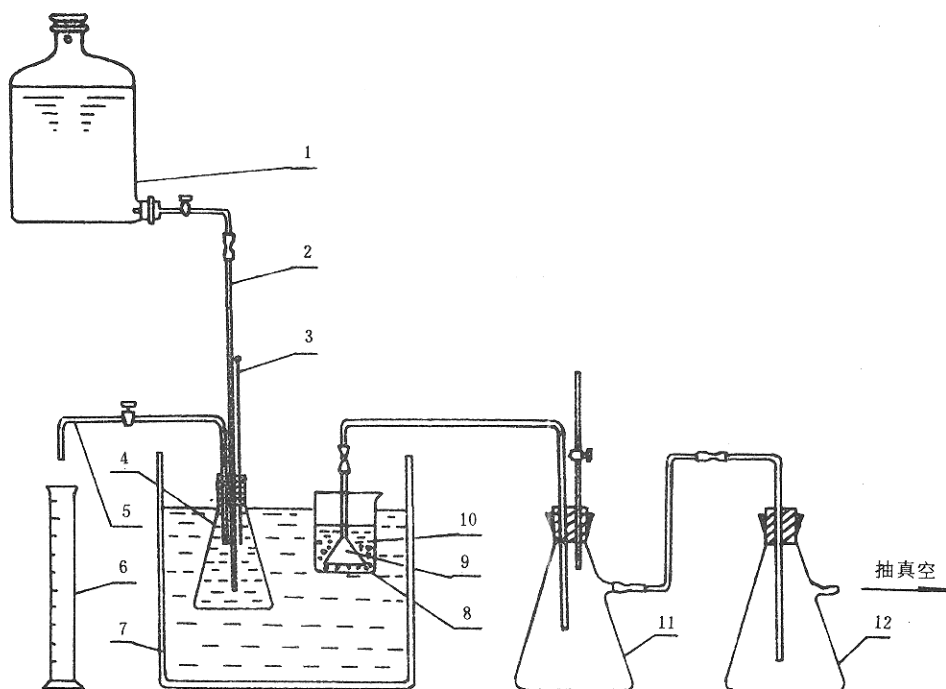
分别测定分析试液中的可溶物含量和皮粉吸收后的非单宁含量，两者之差即单宁含量。

**3.4.2 仪器和装置**

- a. 旋转式振荡器：要求旋转速度 $60 \pm 2\text{r/min}$ ，轴的两侧可以装250~300ml的广口瓶。
- b. 卜氏浸提器：装置如下图所示。
- c. 电热恒温水浴锅：温度能正常控制在 $\pm 2^\circ\text{C}$ 范围内。
- d. 平底蒸发皿： $\phi 70\text{mm}$ ，高25mm，边圆底平，硬质玻璃。

**3.4.3 试剂和用具**

- a. 蒸馏水。
- b. 石英砂：分析纯，粒度要求能通过20目筛孔。用前须用盐酸处理三次并用蒸馏水反复洗涤至不呈酸性为止。
- c. 滤纸：中速定性滤纸，规格 $\phi$  150mm。



卜氏浸提器间歇浸提装置图

1—蒸馏水瓶；2—进水管；3—温度计；4—锥形瓶；5—出水管；6—量筒；7—水浴锅；  
8—250ml烧杯；9—长颈玻璃漏斗；10—石英砂；11—吸滤瓶；12—缓冲瓶

d. 滤布：100目的白夏布，使用前须用蒸馏水煮沸和洗涤几次，除去杂质。用后再煮沸几次备用。不能用肥皂洗。

e. 铬皮粉：纤维状粉末，须符合下列标准：

- (1) 吸收单宁量：6.25g绝干铬皮粉，在10min内能吸收单宁0.375~0.425g。
- (2) 灰分0.3%以下。
- (3) 7g绝干铬皮粉加100ml 0.1N氯化钾溶液，经振荡后滤液的pH值为5.0~5.5。
- (4) 6.25g绝干铬皮粉50ml水溶液空白残渣应在0.010~0.013g之间。

f. 高岭土：分析纯。

g. 1%明胶氯化钠溶液：1g明胶，化学纯，加10g氯化钠（GB 1253—77），分析纯，溶于100ml水中，水温不超过60℃，溶液pH值为4.7（可用酸或碱调节）。溶液最好用时现配。

#### 3.4.4 分析溶液的制备

用洗涤干净的白夏布二层包扎在卜氏浸提器长颈玻璃漏斗口上，将漏斗倒放在平铺有约1cm厚石英砂的烧杯中央，再铺2cm左右的石英砂。按照每升浸提液含单宁 $4 \pm 0.25$ g计算称取试样，称准至0.001g。将试样铺在石英砂上，加入已预热至50℃水约120ml，移入已升温约50℃的恒温水浴锅中，使浸提液的温度保持在 $50 \pm 2$ ℃浸提1h后抽出浸提液，移入1000ml容量瓶中。再加入50℃水约90ml

于烧杯中，浸提液的温度仍为 $50 \pm 2^\circ\text{C}$ ，1 h后抽出浸提液，仍移入容量瓶中。如此反复加水、浸提、抽出10次，总浸提时间约8 h。前六次的浸提时间每次约1 h，每加水两次升温 $5^\circ\text{C}$ ；以后每次约30 min，从第七次开始逐渐将温度升至 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ 。浸提结束前，用1%明胶氯化钠溶液检验浸提是否完全，如浸提不完全须重新称样浸提。浸提完全后将全部浸出液注入1000 ml量瓶中，置水槽内，用水温 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 的冷水冷却，不时摇动，待冷至 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 时，加水稀释至刻度，摇匀。

浸提用过的石英砂，用水反复冲洗，以除净五倍子残渣，用蒸馏水煮沸几次备用。

### 3.4.5 测定手续

#### 3.4.5.1 可溶物含量的测定

取充分摇匀，液温为 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 的分析溶液75 ml注入事先放有1 g高岭土的烧杯中，用玻棒搅匀，立即倾注入放有32折滤纸的漏斗上干过滤，收集约25 ml滤液，冲洗烧杯，重复三次，使所有高岭土移入滤纸上。待收集25 ml滤液后，用吸耳球吸出漏斗内溶液。重新量取分析溶液75 ml，注入漏斗，并用洁净干燥的三角瓶收集滤液，反复过滤到澄清透明为止。准确吸取滤液50 ml，注入已恒重的平底蒸发皿中，在水浴锅上蒸干。移入烘箱，在 $126 \sim 128^\circ\text{C}$ 下干燥30~40 min。再移入干燥器内，冷却至室温称重。反复操作至恒重。可溶物含量( $X_4$ )以干基计，用百分数表示，按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{m_1 \times 20}{m(1 - X_3)} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

式中： $m_1$ ——50 ml可溶物干残渣的质量，g；

$m$ ——试样的质量，g；

$X_3$ ——试样按本标准(3.3)测定的水分含量，%。

#### 3.4.5.2 非单宁含量的测定

称取相当于绝干铬皮粉6.25 g的气干铬皮粉 $A(g)$ (称准至0.01 g)，气干铬皮粉按式(5)计算：

$$A = \frac{6.25}{1 - W} \quad \text{..... (5)}$$

式中： $W$ ——铬皮粉含水率，%。

将气干铬皮粉 $A(g)$ 放入250 ml的广口瓶中，加水 $(26.25 - A)$  g，塞紧瓶口。

用移液管吸取经充分摇匀、液温为 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 的分析液100 ml注入盛铬皮粉的广口瓶中，塞紧瓶口，立即用手摇动5~6次，使试液与铬皮粉充分接触，速将瓶放到振荡器上，准确振荡10 min后取下，用洁净干燥的滤布过滤。铬皮粉和试液接触的时间不得超过15 min，滤液用烧杯收集，拧压滤布，使铬皮粉中全部溶液拧入事先已放有1 g高岭土的烧杯中，用玻棒搅匀，注入放有32折滤纸的漏斗上干过滤，反复过滤到滤液澄清为止。

取滤液10 ml，加1 ml 1%明胶氯化钠溶液，加热至 $60^\circ\text{C}$ ，如有明显浑浊或沉淀，表明试液中单宁量已超过规定，应重新调整试样称量。

准确吸取50 ml滤液注入已恒重的蒸发皿中，按3.4.5.1项的方法进行蒸发、干燥和称重。

按上述各项操作，以蒸馏水代替分析溶液作空白试验。如铬皮粉的可溶物超过0.075 g/l，其超过部分应从非单宁中减去。

非单宁含量( $X_5$ )以干基计，用百分数表示，按式(6)计算：

$$\begin{aligned} X_5 &= \frac{m_1 \times 20 \times 1.2 - (m_2 \times 20 \times 1.2 - 0.075) \times 100}{m(1 - X_3)} \\ &= \frac{24(m_1 - m_2) + 0.075}{m(1 - X_3)} \times 100 \quad \text{..... (6)} \end{aligned}$$

式中： $m_1$ ——50 ml非单宁溶液的残渣质量，g；

$m_2$ ——50 ml空白液的残渣质量，g；

1.2——铬皮粉加入稀释水的倍数；

0.075——铬皮粉空白试验的容许修正值, g/l;

$m_1$ ——试样的质量, g;

$X_3$ ——试样按3.3条测定的水分含量, %。

#### 3.4.5.3 单宁含量的计算

单宁含量 ( $X_6$ ) 以干基计, 用百分数表示, 按式 (7) 计算:

$$X_6 = X_4 - X_5 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:  $X_4$ ——可溶物含量, %;

$X_5$ ——非单宁含量, %。

#### 3.4.5.4 精密度

平行测定两结果之差不大于1.5%, 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

不同试验室测定结果之差不大于2.5%。

### 4 检验规则

4.1 收购部门和使用单位, 有权按照本标准规定的技术要求和检验方法对每批原料进行检验。

4.2 供需双方对原料质量如有争议, 可由双方按本标准取样方法共同取样, 各保存一份, 另一份委托中国林业科学研究院紫胶研究所仲裁分析。一切费用由责任一方负担。

4.3 取样件数, 100件以下不少于5件; 100~500件不少于10件; 500~2500件不少于15件。2500件以上按式 (8) 计算:

$$X \geq 0.3 \sqrt{n} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:  $X$ ——取样件数;

$n$ ——每批五倍子件数。

4.4 取样时, 如发现原料中有霉烂及掺假、掺杂者, 不予取样。

#### 4.5 取样方法

在袋内不同部位随机取样, 每袋取样约2 kg, 放在 $2.5 \times 2.5 \text{ m}^2$ 的帆布上, 枝、叶、砂尘等夹杂物不能弃去。混合均匀, 用四分法缩分得4 kg左右样品两份。取其中一份再缩分得样品约500g, 装入塑料袋, 扎紧袋口, 尽量不使五倍子破碎, 以备检验个体数和夹杂物。然后将另一份样品放在帆布上, 折叠帆布, 将五倍子压碎, 缩分至约250g时, 装入广口瓶。贴上标签, 注明样号、商品名称、送检单位、取样人与取样日期, 以备检验水分及单宁含量。

4.6 红小铁枣、黄毛小铁枣、米倍和倍花类不测定个体数。

4.7 定级标准: 以个体数、夹杂物、单宁含量三项为定级标准。水分含量超过14.0%时, 由双方协商解决。

4.8 检验结果如有一项指标不符合要求时, 应重新在两倍样件中取样, 重新检验不合格指标, 如仍不符合要求时, 作为降一级处理, 不符合二级品要求时, 由双方协商解决。

4.9 使用单位对原料质量另有要求时, 如总抽出物和总颜色等, 由双方自行商定。测定方法按附录A和附录B进行。

### 5 包装、标志

#### 5.1 包装

五倍子用洁净的麻袋或编织袋分品种、等级包装, 每袋净重50kg, 袋口缝合牢固。

#### 5.2 标志

包装上应注明产品名称、等级、产地、净重、时间和防雨、防潮标志及质量符合本标准要求编号。

### 6 贮存、运输

#### 6.1 贮存

放在通风、干燥的仓库中贮存，叠堆高度以不压碎五倍子为宜，不能与易潮、易污等物品混堆。

**6.2 运输**

严防雨淋、受潮、避免重压。

## 附录 A

## 总抽出物含量的测定

(补充件)

按本标准3.4.4款准确吸取充分摇匀的分析溶液50ml，注入已恒重的平底蒸发皿中。蒸发、烘干、冷却和称重等测定手续，按本标准3.4.5.1项进行。总抽出物含量（ $X_7$ ）用百分数表示，按式（A 1）计算：

$$X_7 = \frac{m_1 \times 20}{m (1 - X_3)} \times 100 \quad \text{..... (A 1)}$$

式中： $m_1$ ——50ml 分析溶液残渣的质量，g；

$m$ ——试样的质量，g；

$X_3$ ——试样按本标准3.3条测定的水分含量，%。

附 录 B  
总 颜 色 的 测 定  
(补充件)

按本标准3.4.4款取分析溶液用中速定性滤纸过滤，滤液注入液层为25.4mm的比色皿中，将皿准确地放入罗维帮 (lovibond) 比色计中，打开光源，从视镜观察，调整色片至两边颜色一致，分别记录红、黄、蓝色片的数值，三色值相加即为总颜色。

---

附加说明：

本标准由中华人民共和国林业部提出，由中国林业科学研究院紫胶研究所技术归口。

本标准由中国林业科学研究院紫胶研究所、四川省林业科学研究所、贵州省林业科学研究所和遵义市第二化工厂等负责起草。

本标准主要起草人夏定久、袁佩华、徐春贵、洪世俊。