ICS 71.040.99
B 72

LY

中华人民共和国林业行业标准

LY/T 1083—2008
代替 LY/T 1083—1993

栲胶原料分析试验方法

Test method for analysis of raw materials of vegetable tannin extracts

2008-03-31 发布

2008-05-01 实施

国家林业局 发布

前　　言

本标准代替 LY/T 1083—1993《栲胶原料检验方法》。

本标准与 LY/T 1083—1993 相比，主要变化如下：

——标准名称改为《栲胶原料分析试验方法》；

——第 1 章的标题改为“范围”，并修改了其中内容；

——第 2 章的标题改为“规范性引用文件”，并修改和补充了其中内容；

——增加了第 3 章“取样”；

——在“总抽出物”的测定条款中明确了原料试样的抽提速率；

——增加了第 5 章“分析报告”内容，取消了原附录 B。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所提出并归口。

本标准负责起草单位：中国林业科学研究院林产化学工业研究所。

本标准参加起草单位：内蒙古森工栲胶制品有限责任公司、广西武鸣栲胶厂、广西百色林化总厂。

本标准主要起草人：陈笳鸿、吴冬梅、汪咏梅、吴在嵩。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——LY/T 201—1972；

——GB/T 2615—1981；

——LY/T 1083—1993。

栲胶原料分析试验方法

1 范围

本标准规定了各种栲胶原料的抽提和分析的试验方法。

本标准适用于风干的各种栲胶原料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则

LY/T 1082—2008 栲胶分析试验方法

LY/T 1639—2005 铬皮粉

3 取样

3.1 取样步骤

3.1.1 树皮：先切断成5 cm大小，再用四分法取样，至少取1 kg。

3.1.2 果壳：如橡椀。每班次选取2次～3次，每次选取2 kg～3 kg，用四分法选取1 kg。

3.2 试样的制备

3.2.1 将采取的果壳、树皮等栲胶原料用木锤破碎成小块，再经微型植物粉碎机粉碎通过0.4 cm筛板，混合均匀。

3.2.2 把样品等量分成两份，分别装入清洁、干燥、带磨口塞的广口瓶中，瓶签上注明原料名称、产地和取样日期。1份供检验用，1份作保留样。

3.2.3 样品制成后应尽快检验。保留样的保留期限为6个月。

4 试验方法

4.1 水分

4.1.1 原理

试样置于105℃±2℃干燥至恒重，然后测定试样减少的质量。

4.1.2 仪器

4.1.2.1 恒温干燥箱：可控制温度105℃±2℃。

4.1.2.2 分析天平：感量0.000 1 g。

4.1.2.3 称量瓶：内径4.5 cm，高度2.5 cm。

4.1.3 分析步骤

在已称至恒重的称量瓶中，称取1 g～2 g试样，称准至0.000 1 g，置于105℃±2℃的恒温干燥箱中干燥2 h。移入干燥器中冷却30 min后称重。重复进行至恒重。

4.1.4 结果计算

水分以质量分数X_1计，数值以%表示，按式(1)计算。

$$X_1 = \frac{m_0 - m}{m_0} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

m_0——试样的质量，单位为克(g)；

m——干燥后试样的质量，单位为克(g)。

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于0.2%。取其算术平均值为测定结果。

4.2 总抽出物

4.2.1 原理

在玻璃抽提器中用水将栲胶原料中的水溶性物质完全抽提出来，配成试验溶液。将试验溶液进行蒸发后，在一定的温度下烘干至恒重，称量，然后计算试样的总抽出物。

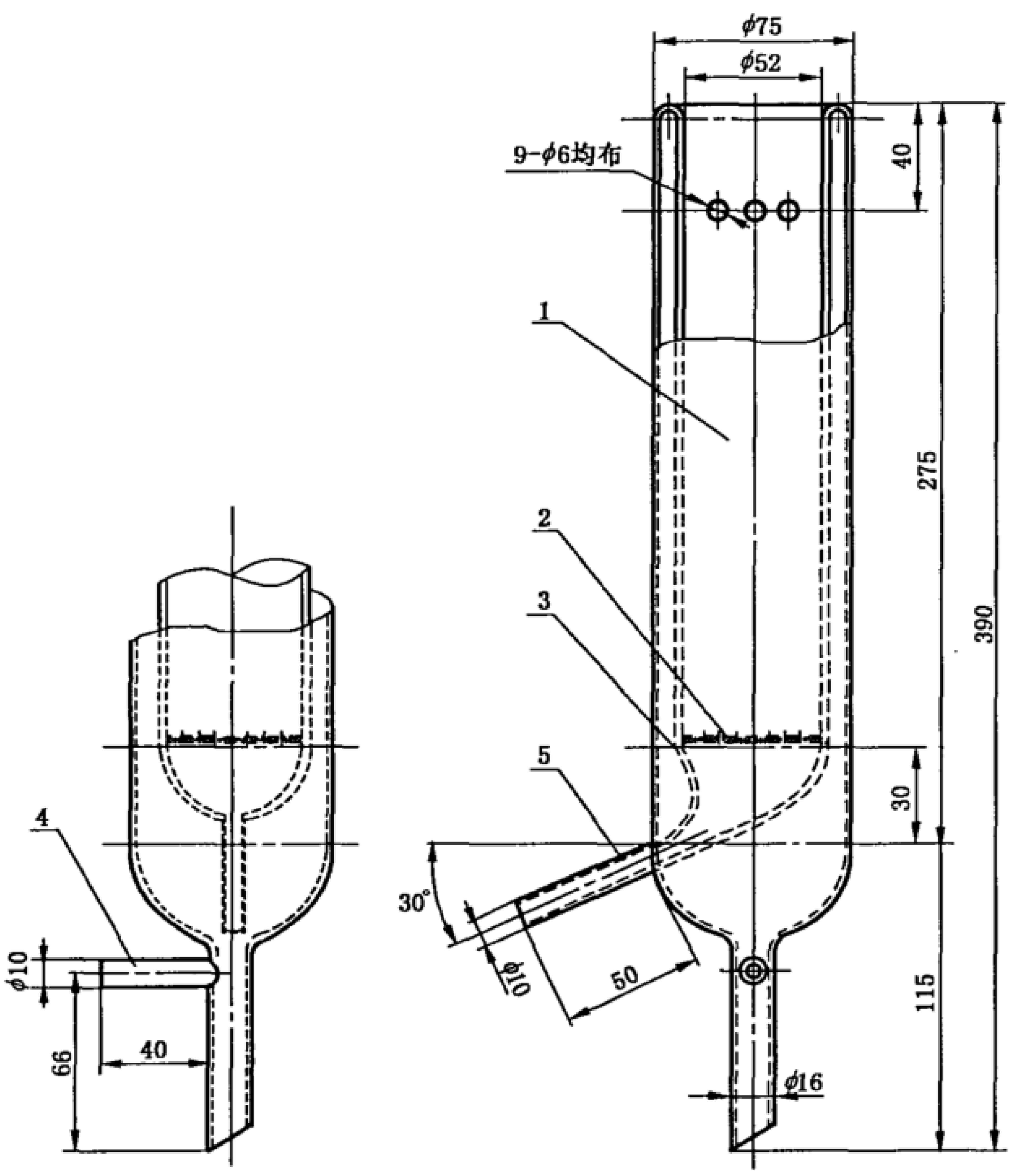
4.2.2 试剂

水：GB/T 6682，三级。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 玻璃抽提器(见图1)。

单位为毫米



1——抽提器主体(壁厚为2 mm)；

2——50 mm铜或不锈钢孔板(0.5 mm厚，预先钻孔，孔径2 mm，孔距5 mm)；

3——周边凸缘(支持合金板在水平位置)；

4——回流管；

5——出液管。

图1 玻璃抽提器

4.2.3.2　玻璃毛或脱脂棉。

4.2.3.3　球形冷凝器，30 cm～40 cm 长。

4.2.3.4　圆底烧瓶，2 000 mL。

4.2.3.5　可调温电炉，1 000 W～1 500 W。

4.2.3.6　容量瓶，2 000 mL。

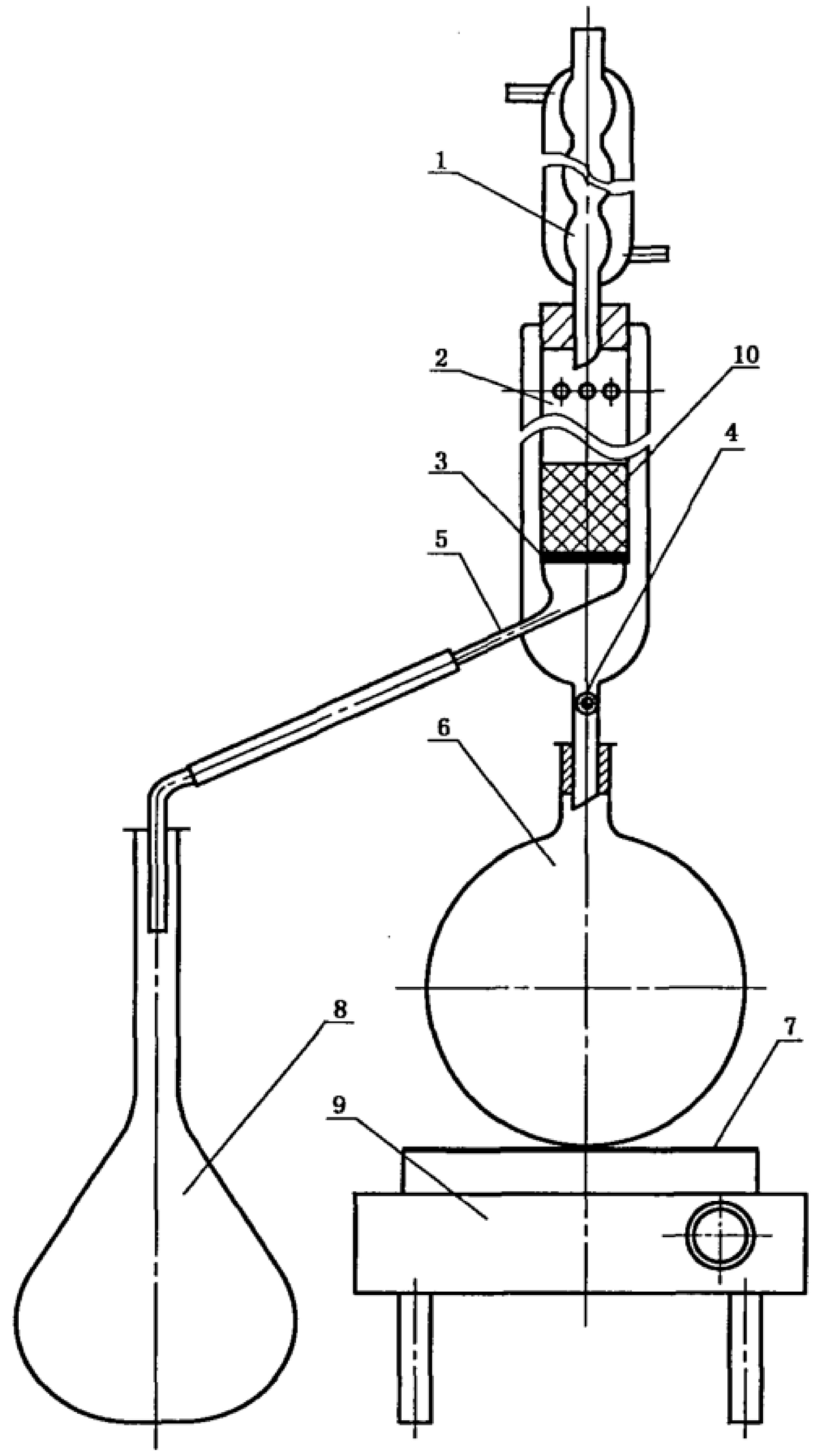
4.2.3.7　其余仪器按 LY/T 1082—2008 中 4.2.2.1～4.2.2.5 配备。

4.2.4　原料抽提与试验溶液制备

试验溶液用于总抽出物、可溶物和不溶物、单宁和非单宁、pH 值和颜色的测定。

4.2.4.1　以每升抽提液约含单宁 4 g±0.25 g 估算称取试样，称样量参见附录 A，称准至 0.01 g。若分析浓度未在此范围内，要调整取样量，并重新取样进行抽提。

4.2.4.2　抽提装置见图 2。



1——冷凝器；
2——抽提器；
3——合金板；
4——回流管；
5——出液管；
6——圆底烧瓶；
7——石棉网；
8——容量瓶；
9——电炉；
10——试样。

图 2　抽提装置示意图

玻璃抽提器下部接圆底烧瓶，用来煮沸蒸馏水，供给加热蒸汽和抽提用水。抽提器上部接球形冷凝器。抽提器出液管“5”与回流管“4”分别安一橡皮管。抽提器内放一钻有小孔的铜板或不锈钢板，板上均匀推铺一层玻璃毛或脱脂棉。

4.2.4.3 将已称重试样置于烧杯内，加 3 倍～4 倍于试样质量的沸蒸馏水，用玻璃棒搅匀，放置 15 min。先将抽提器出液管用一金属夹夹紧，将试样经一粗颈漏斗转入抽提器内，用少量蒸馏水荡洗烧杯，洗涤液并入抽提器中。放开出液管，用 2 000 mL 容量瓶收集抽出液。夹紧出液管，将收集液重新倾回抽提器内，反复进行几次，尽量排除试样层中气体，以保证抽提正常进行。与此同时，开始加热烧瓶，供给蒸汽。试样层上部均匀盖一层约 1 cm 厚的玻璃毛或脱脂棉，用玻璃棒沿抽提器四周轻轻压实，装好冷凝器，接通冷却水，放开出液口，收集抽出液，抽提正式开始时应将回流管“4”夹紧，以防水蒸气外溢。

4.2.4.4 按要求在 4 h～6 h 抽提 2 000 mL 溶液。可事先在接受抽出液的容量瓶壁上作每时间段应有出液量的标记(例如 200 mL/30 min)。抽提时抽出液流速要均匀一致，通过调节加热温度控制流速约在 6 mL/min～7 mL/min。每隔 30 min 将容量瓶中收集的抽出液摇动几次。

4.2.4.5 用 1%明胶-氯化钠溶液(LY/T 1082—2008 中 4.4.2.5)检验抽提是否完全。当抽出液总体积接近 2 000 mL 刻度且无明显单宁存在时，抽提结束。抽出液待冷却。

4.2.4.6 抽出液的冷却

按 LY/T 1082—2008 中 4.2.3.2.3 的规定进行，定容至 2 000 mL，即为试验溶液。

4.2.5 分析步骤

按 LY/T 1082—2008 中 4.2.4 的规定进行。

4.2.6 结果计算

总抽出物含量 X_2 以质量分数(%)表示，按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{m_1 \times 40}{m_0(1 - X_1)} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

m_1——总抽出物的质量，单位为克(g)；

m_0——原料试样的质量，单位为克(g)；

X_1——原料试样的水分含量(质量分数)，%。

4.3 不溶物

4.3.1 分析步骤

使用试验溶液(4.2.4)测定，按 LY/T 1082—2008 中 4.3.1～4.3.4 的规定进行。

4.3.2 结果计算

可溶物含量 X_3 以质量分数(%)表示，按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{m_2 \times 40}{m_0(1 - X_1)} \times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

m_2——可溶物的质量，单位为克(g)；

m_0——原料试样的质量，单位为克(g)；

X_1——原料的水分(质量分数)，%。

不溶物含量 X_4 以质量分数(%)表示，按式(4)计算：

$$X_4 = X_2 - X_3 \qquad \cdots\cdots(4)$$

4.4 单宁和非单宁

4.4.1 分析步骤

使用试验溶液(4.2.4)测定，按 LY/T 1082—2008 中 4.4.1～4.4.4 的规定进行。

4.4.2 **结果计算**

非单宁含量 X_5 以质量分数(%)表示，按式(5)计算：

$$X_5 = \frac{1.2 \times 40(m_3 - m_4) + 2 \times 0.075}{m_0(1 - X_1)} \times 100 \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中：

m_3——非单宁的质量，单位为克(g)；

m_4——铬皮粉空白残渣的质量，单位为克(g)；

m_0——原料试样的质量，单位为克(g)；

X_1——原料的水分含量(质量分数)，%；

1.2——为稀释液体积与原液体积之比；

0.075——铬皮粉空白试验的容许修正值，单位为克(g)。

单宁含量 X_6 以质量分数(%)表示，按式(6)计算：

$$X_6 = X_3 - X_5 \qquad \cdots\cdots(6)$$

4.4.3 **平行测定的允许相对偏差**

见表1。

表 1 单宁含量平行测定的允许相对偏差

原料单宁含量/%	允许相对偏差/%
<30	3.0
30～40	2.5

4.5 **颜色**

直接使用试验溶液(4.2.4)，按 LY/T 1082—2008 中 4.6.3.2、4.6.3.3 和 4.6.4 的规定进行测定和计算。

4.6 **pH 值**

直接使用试验溶液(4.2.4)，按 GB/T 9724 中规定的方法进行测定。

5 分析报告

栲胶原料分析试验报告至少应给出以下内容：

a) 识别被试的原料所需的全部资料；

b) 使用的标准(LY/T 1083—2008)；

c) 试验结果(应含水分、总抽出物、不溶物、单宁、非单宁、pH 值、颜色等指标)，包括各单次试验结果和它们的平均值；

d) 与规定的分析步骤的差异；

e) 在试验中观察到的异常现象；

f) 试验日期。

附 录 A
（资料性附录）
几种栲胶原料分析取样量

表 A.1 几种栲胶原料分析取样量

原料名称	取样量/g
毛杨梅树皮	34～42
落叶松树皮	76～84
余甘子树皮	32～50
木麻黄树皮	50～60
黑荆树树皮	20～30
橡椀(整壳)	30～34
橡椀(椀刺)	16～22

LY/T 1083—2008

中华人民共和国林业
行业标准
栲胶原料分析试验方法
LY/T 1083—2008
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2008年5月第一版 2008年5月第一次印刷
*
书号:155066·2-18724

LY/T 1083-2008