UDC 634.0.892

中华人民共和国国家标准

LY/T 1302-99

五　倍　子

Gallnuts

1986-02-13发布　　1986-10-01实施

国家标准局　批准

中华人民共和国国家标准 UDC 634.0.892

GB 5848—86

五 倍 子

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，角倍多呈菱角形，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：

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

式中：n——倍子数，个；

m——完整倍子的质量，g。

国家标准局1986-02-13发布 1986-10-01实施

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：

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

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±2℃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 1 mm。

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±2℃。

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±2℃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：

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

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±2r/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±2℃范围内。

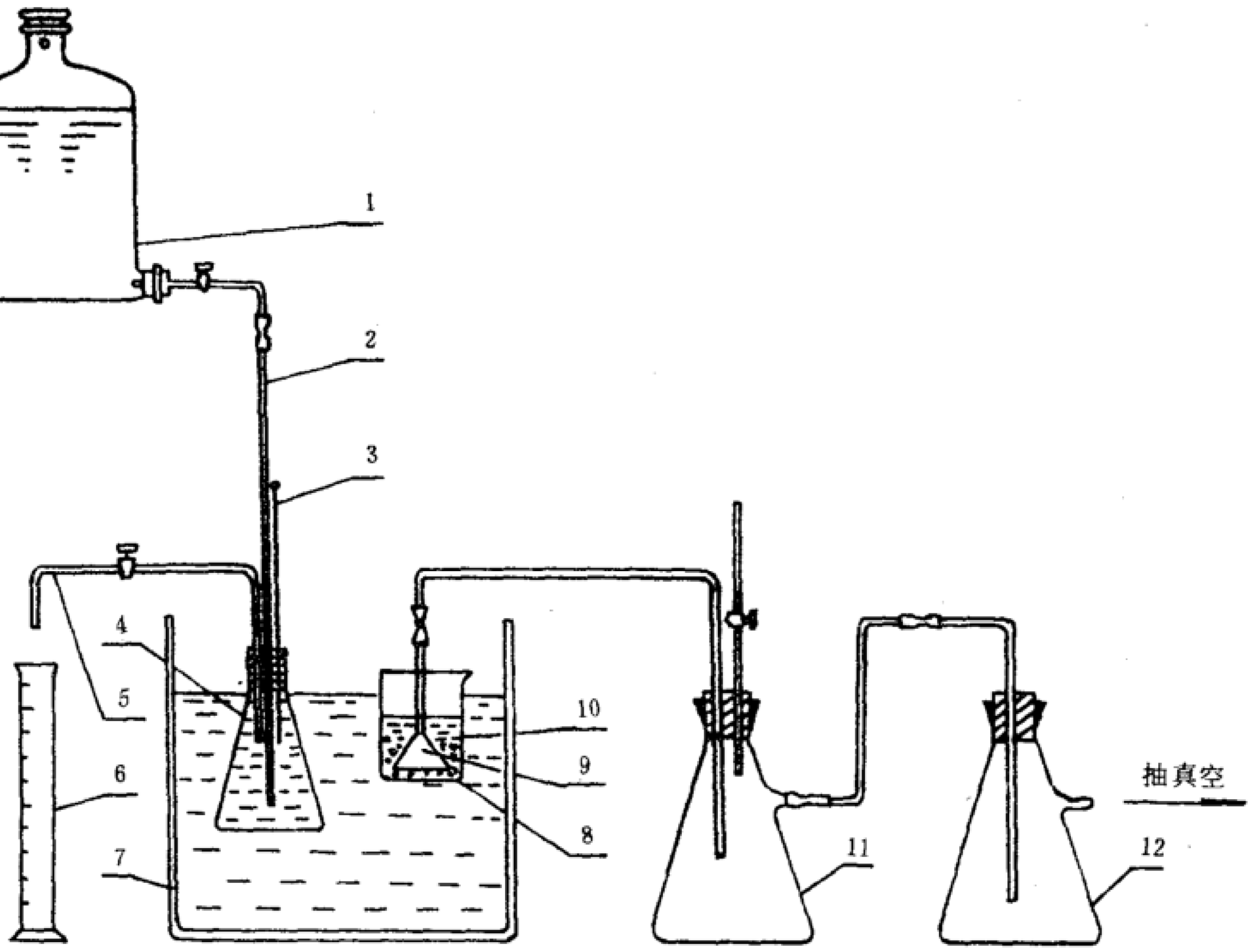
d. 平底蒸发皿：ϕ70mm，高25mm，边圆底平，硬质玻璃。

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ϕ150mm。



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±0.25g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±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±2℃，1h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8h。前六次的浸提时间每次约1h，每加水两次升温5℃；以后每次约30min，从第七次开始逐渐将温度升至70±2℃。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1000ml量瓶中，置水槽内，用水温20±2℃的冷水冷却，不时摇动，待冷至20±2℃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±2℃的分析溶液75ml注入事先放有1g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25ml滤液，冲洗烧杯，重复三次，使所有高岭土移入滤纸上。待收集25ml滤液后，用吸耳球吸出漏斗内溶液。重新量取分析溶液75ml，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50ml，注入已恒重的平底蒸发皿中，在水浴锅上蒸干。移入烘箱，在126～128℃下干燥30～40min。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：

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

式中：m_1——50ml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6.25g的气干铬皮粉A(g)(称准至0.01g)，气干铬皮粉按式（5）计算：

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

式中：W——铬皮粉含水率，%。

将气干铬皮粉A(g)放入250ml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±2℃的分析液100ml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10min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15min，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1g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10ml，加1ml 1%明胶氯化钠溶液，加热至60℃，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50ml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0.075g/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：

$$X_5=\frac{m_1\times 20\times 1.2-\ (m_2\times 20\times 1.2-0.075)\ \times 100}{m\ (1-X_3)}$$

$$=\frac{24\ (m_1-m_2)\ +0.075}{m\ (1-X_3)}\times 100 \quad\cdots\cdots\cdots\cdots\ (6)$$

式中：m_1——50ml非单宁溶液的残渣质量，g；

m_2——50ml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——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：

$$X_6 = X_4 - X_5 \qquad (7)$$

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：

$$X \geqslant 0.3\sqrt{n} \qquad (8)$$

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$2.5 \times 2.5\mathrm{m}^2$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：

$$X_7=\frac{m_1\times 20}{m\ (1-X_3)}\times 100 \qquad \cdots\cdots (A\ 1)$$

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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
五 倍 子
、GB 5848—86
*
中国标准出版社出版
(北京复外三里河)
中国标准出版社北京印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 12,000
1986年8月第一版 1986年8月第一次印刷
印数 1—2,500
*
书号：15169·1-4131 定价 **0.39** 元
*
标 目 48—15