林 业 标 准 制 修 订 项 目

# 编 制 说 明

项目名称：落叶松树皮原花青素

项目编号：2017-LY-033

委托单位：国家林业局科学技术司

承担单位：大兴安岭林格贝寒带生物科技股份有限公司

起止年限：2017 年 1 月～2018 年 12 月

报批日期：2020 年 12 月 20 日

# 一．编制工作简况

**1．任务由来及说明**

国家林业局科技司。2017 年由国家林业局科技司下达《落叶松树皮原花青素》的行业标准计划，立项编号 2017-LY-033，执行期 2017 年 01 月至 2018 年 12 月。

**2．承担单位**

负责起草单位：大兴安岭林格贝寒带生物科技股份有限公司。

参加起草单位：大兴安岭地区农业林业科学研究院，西南交通大学。

**3．主要工作过程**

任务下达后，大兴安岭林格贝寒带生物科技股份有限公司按照标准的制订程序，成立了标准起草工作组。工作组召开研讨会，并广泛查阅了国内外相关标准技术资料，调查了解国内原花青素的生产现状，采集相关数据，进行统计、汇总、分析和整理；同时在生产企业采集样品并进行部分指标检验分析方法的验证试验。按照《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》（GB/T 1.1-2020）提出了修订方案，通过反复修改，不断完善，形成征求意见稿和编制说明。征求意见稿完成后，分三次分别向全国林化产品标准化技术委员会、生产企业、及国内相关行业专家广泛征求意见。标准起草工作组依据每次所征求到的意见和建议，对该标准草案文本进行研讨和不断修改，形成标准送审稿。并于 2020 年 11 月 20 日，参加了由全国林化产品标准化技术委员会组织的林业行业标准专家审查会会议，并按照会议专家组意见，对标准草案进行修改，形成标准报批稿。

本项标准草案（征求意见稿）向全国林化产品标准化技术委员会 47 个委员以及国内 14 家与落叶松树皮原花青素相关的主要高等院校、科研院所和生产厂家征求意见。共收到回函 15 件，有反馈意见 15 件，其中提出不同意见 41 条。经过认真分析研究，对反馈的不同意见进行处理，采纳了 38 条意见和建议，并在标准文本相关章条中作了相应修改，有 3 条意见未采纳。反馈意见及处理情况详见“附表 意见汇总处理表”。并按照全国林化产品标准化技术委员会组织的林业行业标准专家审查会会议专家组意见，进行了修改。

主要不同意见及采纳并对标准相应的修改有：

1. 关于范围

按照全国林化产品标准化技术委员会组织的林业行业标准专家审查会会议专家组意见，“不指定提取、纯化方法”，采纳该意见，修改为“本标准适用于以落叶松树皮为原料制得的原花青素产品”。

2. 关于规范性引用文文件

专家组提出“林业行业标准中不能涉及食品安全类内容，建议删除食品安全性能指标及相应检验方法”。采纳该意见，因此删除了安全性能指标中的重金属及微生物指标及检测方法。

3. 关于章节

专家组意见“增加术语和定义章节，增加取样章节”。采纳该意见，增加两章节。

4. 关于技术指标

(1)有意见提出“建议将同类指标合并”。采纳该意见，将理化指标两表合并。

(2)有意见提出“功效成分只有一种原花青素，直接采用原花青素含量指标更明确”、“功效指标的说法是否合适？是不是主要成分含量要求？是否要根据含量的高低来进行分级，那样有利于在生产中分级收集、分级销售，实现更好的经济效益”，审查专家组意见“按含量进行分级”。综合专家意见，采纳相应意见，并修改为“原花青素含量指标”，并按含量进行分级。

5. 关于附录

(1)有意见提出“补充所用标准品及其要求”、“使用的标准品是什么？来源何处、纯度多少？建议明确表达，说清楚”，采纳该意见，明确落叶松原花青素标准对照品名称、CAS 号、纯度。

(2)有意见提出“单点外标法误差大，建议改为标准曲线法”、“采用外标法，数据会准确些”，采纳该意见，综合各专家意见，及企业实际生产检验实践，采用紫外-可见光分光光度计标准曲线法，保证数据准确性。

(3)专家组意见“附录 A 保留第一种检验方法，名称修改为《原花青素测定方法》”。采纳修改，附录 A 保留第一种检验方法，名称修改为《原花青素测定方法》。

6. 关于编制说明

关于编制说明，审查专家组“关于补充完善编制说明”的意见，及有专家提出

意见（详见征求意见汇总表），全部采纳并补充完善编制说明及修改相关内容。

**4．主要起草人及其所做的工作**

姚德坤，高级工程师，项目负责人，负责项目的申报立项，工作方案的制定，技术调研，标准征求意见，标准草案及其编制说明的起草等工作。

刘德文，研究员级高级工程师，项目主要完成人，技术调研，标准征求意见，标准草案及其编制说明的起草等工作。

姚航，博士研究生，项目主要完成人，主要负责本标准中技术指标的分析测定工作，标准资料的收集，数据分析和整理，标准草案的起草等工作。

齐会娟，中级工程师，项目主要完成人，检测方法验证，技术参数的验证工作，标准草案的起草修改等工作。

湛鑫琳，中级工程师，项目主要完成人，检测方法验证，技术参数的验证工作，标准草案的起草修改等工作。

仲伟利，工程师，落叶松原花青素提取物实验室检测分析，标准草案的起草修改等工作。

张新，工程师，落叶松原花青素提取物实验室检测分析，标准草案的起草修改等工作。

苑兰兰，工程师，落叶松原花青素提取物实验室检测分析，标准草案的起草修改等工作。

江琅，博士研究生，主要负责本标准中技术指标的分析测定工作，标准资料的收集，数据分析和整理，标准草案的起草等工作。

张春英，高级工程师，落叶松原花青素提取物实验室检测分析，标准草案的起草修改等工作。

陈贺佳，中级工程师，加工企业的生产调研等工作，获取基层生产数据。

黄运生，工程师，质检部主任，加工企业落叶松原料进厂检测、成品检测，实验分析数据统计，标准草案的起草修改等工作。

李玉伟，中级工程师，标准资料及样品的收集，技术参数的验证工作。

万 莉，技术员，加工企业落叶松原花青素提取物分析数据统计，标准草案的起草修改等工作。

吴海龙，技术员，加工企业落叶松原花青素提取、精制工艺数据统计，标准草案的起草修改等工作。

姚琪，检验员，加工企业落叶松原料进厂检测、成品检测，实验分析数据统计，实验数据的分析与修订等工作。

## 二．编制原则与主要内容

落叶松树皮原花青素（Larix bark Proantho Cyanidins）生产加工的主要原料为落叶松属（*Larix*）树皮。从落叶松树皮中提纯原花青素的生产加工起步时间较晚，但其原花青素拥有的缓解眼部疲劳，美白、抗疲劳、清除人体自由机的效果是显著的，落叶松树皮原花青素出口远销东南亚、日本、美国等。目前国家尚未制定落叶松树皮原花青素的国家标准、行业标准，这不利于政府的管理、企业的发展，全行业的规范。国内专业的提取厂家急需要一个统一的标准来指导生产、加工、销售，以保证质量和保护消费者的利益。为了规范企业的生产，提高落叶松树皮原花青素的整体质量水平，同时也为政府部门的监督管理提供一个科学依据，制定本标准。

（一） 标准编制原则：

标准编制遵循“科学性、实用性、统一性、规范性”的原则，从全局利益出发，认真贯彻国家经济技术政策，充分满足使用要求，并注重标准的可操作性。

1．按照产品市场的现状和发展趋势相适应原则，设置技术指标项目、确定规格要求和试验方法，既体现标准的先进性，也具有适用性，符合我国国情、满足用户需要，使产品供需双方和社会均受益。

2．选择确定产品分析试验方法时，采用国内外先进标准方法或我国现行相关标准中规定的通用方法。

3．标准文本的编写，按照国家标准 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准文件的结构和起草规则》的有关条款；对于某些技术领域，遵守涉及相关内容的现行基础通用标准的有关条款。

（二） 主要内容

1．范围

本标准规定了落叶松属（*Larix*）树皮原花青素的技术要求、取样、检验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以落叶松树皮为原料制得的原花青素产品。

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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3．术语和定义

没有需要界定的术语和定义。

4．技术要求

根据审定会议要求林业行业标准中不能涉及食品安全类内容，审查会议专家组建议“删除食品安全性能指标及相应检验方法”，因此删除了安全性能指标中的重金属及微生物指标及检测方法，保留了技术指标中感官指标和理化指标。并根据专家意见，对落叶松树皮原花青素根据其含量进行了分级，同时按专家建议增加了粒度指标。

感官指标应符合表1规定。理化指标应符合表2规定。

表 1　感官指标

| 项　　目 | 指　　标 |
|---|---|
| 色　　泽 | 红棕色 |
| 气　　味 | 气微，味微而苦涩，具落叶松特有气味 |
| 形　　状 | 固体粉末状 |

表 2　理化指标

| 项　　目 | 指标 | | |
|---|---|---|---|
| | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 原花青素/（%） ≥ | 90.0 | 75.0 | 50.0 |
| 水分/（%） ≤ | 5.0 | | |
| 灰分/（%） ≤ | 3.5 | 4.0 | 5.0 |
| 粒度/（80目筛通过率 % ） ≥ | 98．0 | | |

5．取样

增加了取样章节。

6．试验方法

感官检验：取少许样品，置于白磁盘中，在自然光下采用目测、鼻嗅方法，并蘸一点在舌头品尝。

水分、灰分检验方法参照有关规定，粒度检验方法进行详细描述。理化指标含量结合国内外相关产品检验方法，进行试验验证。

7．检验规则

规定了组批规则，进行了明确描述：同等级，同一投料生产的产品，以同一生产日期为一批次。

检验项目：包括感官指标：色泽、气味、形状；技术指标：原花青素含量、水分、灰分、粒度。

检验分类：产品检验分出厂检验和型式检验。型式检验包括全部检验项目。

有下列情况之一时，应进行型式检验。

a）正常生产时每半年进行一次；

b)当原、辅料及生产工艺有较大变动时；

c)出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；

d)国家质量监督管理部门提出要求时。

## 三．主要试验结果与讨论

1．产品质量检验

根据大兴安岭林格贝寒带生物科技股份有限公司及各企业实际产品检测数据进行分析。试验结果见表 3。

表 3　落叶松原花青素产品检测数据

| 项目 | 感官指标 | | | 理化指标 | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 色泽 | 滋气味 | 组织状态 | 原花青素功效成分指标（%） | 水分（%） | 灰分（%） | 粒度（80 目筛通过率%） |
| 1 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 93.4 | 3.2 | 2.7 | 98．0 |
| 2 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 87.2 | 3.4 | 4.0 | 98．0 |
| 3 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 92.8 | 4.2 | 2.4 | 98．0 |
| 4 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 81.5 | 3.2 | 2.2 | 98．0 |
| 5 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 82.7 | 4.0 | 3.8 | 98．0 |
| 6 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 73.4 | 3.8 | 4.4 | 98．0 |
| 7 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 55.4 | 3.3 | 4.2 | 98．0 |
| 8 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 63.6 | 4.1 | 2.8 | 98．0 |
| 9 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 52.5 | 4.1 | 3.0 | 98．0 |
| 10 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 91.5 | 3.8 | 2.2 | 98．0 |
| 11 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 80.6 | 4.6 | 3.5 | 98．0 |
| 12 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 92.8 | 2.5 | 2.6 | 98．0 |
| 13 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 56.8 | 3.3 | 4.6 | 98．0 |
| 14 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 77.5 | 4.0 | 5.2 | 98．0 |

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 15 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 55.2 | 4.7 | 4.1 | 98．0 |
| 16 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 91.5 | 4.3 | 3.6 | 98．0 |
| 17 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 62.5 | 3.5 | 4.5 | 98．0 |
| 18 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 63.6 | 4.8 | 3.4 | 98．0 |
| 19 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 55.8 | 2.4 | 4.7 | 98．0 |
| 20 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 55.6 | 4.5 | 2.6 | 98．0 |
| 21 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 91.3 | 3.9 | 2.6 | 98．0 |
| 22 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 61.8 | 4.4 | 3.4 | 98．0 |
| 23 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 63.2 | 3.9 | 3.3 | 98．0 |
| 24 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 62.4 | 4.1 | 4.3 | 98．0 |
| 25 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 86.4 | 3.9 | 3.7 | 98．0 |
| 26 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 87.2 | 2.9 | 3.9 | 98．0 |
| 27 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 92.8 | 4.2 | 3.2 | 98．0 |
| 28 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 86.5 | 4.2 | 3.6 | 98．0 |
| 29 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 92.7 | 4.0 | 3.8 | 98．0 |
| 30 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 93.4 | 4.8 | 3.4 | 98．0 |
| 31 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 55.4 | 4.3 | 4.2 | 98．0 |
| 32 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 58.6 | 4.1 | 3.8 | 98．0 |
| 33 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 72.5 | 4.1 | 3.4 | 98．0 |
| 34 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 91.2 | 4.8 | 3.2 | 98．0 |
| 35 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 80.6 | 4.3 | 3.1 | 98．0 |
| 36 | 红棕色 | 具落叶松特有 | 粉末状 | 92.4 | 3.5 | 3.6 | 98．0 |

| | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 的气味 | | | | | |
| 37 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 46.8 | 3.3 | 5.6 | 98．0 |
| 38 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 67.5 | 4.6 | 4.1 | 98．0 |
| 39 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 49.2 | 4.7 | 6.1 | 98．0 |
| 40 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 91.3 | 4.3 | 3.4 | 98．0 |
| 41 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 82.5 | 3.5 | 3.5 | 98．0 |
| 42 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 63.6 | 4.8 | 4.4 | 98．0 |
| 43 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 75.8 | 4.4 | 3.7 | 98．0 |
| 44 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 55.6 | 4.5 | 4.6 | 98．0 |
| 45 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 75.3 | 4.9 | 3.6 | 98．0 |
| 46 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 91.8 | 4.4 | 3.4 | 98．0 |
| 47 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 64.2 | 3.9 | 3.3 | 98．0 |
| 48 | 红棕色 | 具落叶松特有的气味 | 粉末状 | 68.4 | 4.1 | 3.3 | 98．0 |

2．检测结果统计分析

对收集汇总的生产企业提供的落叶松原花青素产品检测数据进行了统计分析，结果见表 4。

表 4　落叶松原花青素产品检测数据的统计分析

| 落叶松原花青素产品 | 共统计总组数（个） | 优等品（个） | 占统计数据的比例（%） | 一等品（个） | 占统计数据的比例（%） | 合格品（个） | 占统计数据的比例（%） | 不合格品(个) | 占统计数据的比例（%） |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 原花青素 | 48 | 13 | 27.1 | 12 | 25 | 21 | 43.8 | 2 | 4.2 |

根据对 48 组实际产品检测数据进行统计分析，结果表明，落叶松原花青素

含量≥90%的样品有 13 个，占比 27.1%；含量在 75%—90%之间的样品 12 个，占比 25%，含量在 50%—75%之间的样品 21 个，占比 43.8%;含量≤50%的样品 2 个，占比 4.2%。依据分析测定数据的统计分析结果，确定落叶松原花青素产品三个等级，分别为优等品，含量≥90%；一等品≥75%，合格品≥50%。

3．检验方法验证

为验证原花青素检测方法实验数据准确性，大兴安岭林格贝寒带生物科技股份有限公司分别将企业检测的平行样品送至黑龙江省华测检测中心进行了原花青素检测指标比对验证。对原花青素含量（%）的紫外分光光度计，盐酸正-丁醇法进行了相对偏差分析见表 5。

表 5　原花青素检验方法验证结果

| 项目(方法) | A | | B | | 平均值 | 相对标准偏差% |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | A1 | A2 | B1 | B2 | | |
| 原花青素含量%（紫外分光光度计,盐酸正-丁醇法） | 55．5 | 56.2 | 54．8 | 55.3 | 55.45 | 1.05 |
| 水分%（干燥法）≤5.0 | ≤5.0 | | ≤5.0 | | | |
| 灰分%（灼烧法）≤5.0 | ≤5.0 | | ≤5.0 | | | |
| 粒度（80 目筛通过率%）≥ | 98．0 | | 98．0 | | | |

对比验证结果显示原花青素检验分析方法两实验室验证比对各测量数据相对标准偏差 1.05%。

## 四．标准水平分析

本项标准草案是经过大量实验研究和验证试验，在广泛征求意见的基础上编制完成，确定的技术指标及相应分析测定方法科学合理，符合我国当前落叶松原花青素市场质量和生产的实际需求，新修订的标准文本结构和编写格式，按照国家质量技术监督局发布的规定进行，符合 GB/T 1.1 -2020 的编写要求。因此，该标准技术水平能与国内领先水平保持一致。

## 五．与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本项标准与有关的现行法律、法规和强制性国家标准无矛盾、冲突关系。

## 六．主要不同意见的处理

本项标准草案（征求意见稿）向相关单位征求意见后，除了采纳的 38 条意见和建议，并作了相应修改外，有 3 条意见未采纳。

反馈意见及处理情况详见“附表 意见汇总处理表”。

主要不同意见有：

1．有意见提出“建议在感官指标之前，加一个鉴别项。因为含有原花青素的植物资源很多，如何体现本样品是由落叶松树皮提取而来。可以是 HPLC 特征图谱，也可以是薄层扫描指纹图谱”。根据生产检验实践，产品检验过程中采用 HPLC 法在检测不同原料原花青素有相同的特征图谱现象出现，采用薄层扫描指纹图谱法对仪器操作及检测人员技术要求较高，生产企业难以具备仪器、检测人员条件，因此没有增加鉴别项。

2．有意见提出“花青素成分较多，建议以一种或多种含量最高的为对照品，此处原花青素的检验方法中以原花青素为对照品不够全面”。不同种落叶松及不同提取精制方法原花青素中单一成分有可能不同，本标准只规定落叶松属树皮中总原花青素含量，因此未采纳该意见。

## 七．作为强制性标准或推荐性标准的建议

本标准为国家林业局下达的推荐性林业行业标准。

## 八．贯彻标准的要求和措施建议

本项新编制的林业行业标准经过批准颁布后，由相关机构举办本项标准实施的技术培训班，并开展必要的标准宣传工作，以促进本标准的贯彻落实，

## 九．　废止现行有关标准的建议

本标准为新编制的林业行业标准，没有现行《落叶松树皮原花青素》行业标准。

## 十．　他说明事项

限于编制组工作人员自身的能力和水平，在本项标准草案编制过程中难免有疏漏和差错，恳请给予纠正和完善，以圆满完成本项标准草案的编制任务。

《落叶松树皮原花青素》标准编制组