ICS 65.020
CCS B 66

LY

中 华 人 民 共 和 国 林 业 行 业 标 准

LY/T XXXXX—XXXX

落叶松树皮原花青素

Larix bark pranthocyanidins

（报批稿）

（本草案完成时间：2020-12-13）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

国家林业和草原局　　发 布

目　　次

前言 II
1　范围 3
2　规范性引用文件 3
3　术语和定义 3
4　技术要求 3
4.1　感官指标 3
4.2　理化指标 3
5　取样 4
5.1　取样规则 4
5.2　样品贮存 4
6　检验方法 4
6.1　感官指标检验 4
6.2　理化指标检验 4
7　检验规则 5
7.1　组批与抽样 5
7.2　检验分类 5
7.3　判定规则 5
8　标志、包装、运输和贮存 5
8.1　标志 5
8.2　包装 5
8.3　运输和贮存 6
9　保质期 6
附录 A（规范性）　原花青素的测定方法 7
A.1　试剂和溶液 7
A.2　仪器设备 7
A.3　操作方法 7
A.4　结果计算 8
A.5　精密度 8

前　　言

本文件按照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》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家林业和草原局提出。

本文件由全国林化产品标准化技术委员会（SAC/TC 558）归口。

本文件起草单位：大兴安岭林格贝寒带生物科技股份有限公司，大兴安岭地区农业林业科学研究院，西南交通大学。

本文件主要起草人：姚德坤、刘德文、姚航、江琅、李玉伟、齐会娟、湛鑫琳、万莉、张春英、仲伟利、张新、陈贺佳、苑兰兰、黄运生、吴海龙、姚琪。

落叶松树皮原花青素

1 范围

本文件规定了落叶松属（*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、贮存及保质期。

本文件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

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 感官指标

感官指标应符合表1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

4.2 理化指标

理化指标应符合表2规定

表2　理化指标

项　　目	指标		
	优等品	一等品	合格品
原花青素含量/（%）　≥	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

5.1　取样规则

采用不锈钢或硬质塑料材质的取样器。采样过程中不应带进杂质，并避免在采样过程中引起样品吸水、氧化等。取样以批为单位，每批次取样数不少于3个。随机从包装单位三个不同部位共采取350 g~400 g样品,混合均匀后以四分法缩分。

5.2　样品贮存

将试样平均分装于2个棕色磨口瓶中，一瓶待检，一瓶留样备用。标签标明采样名称、来源、编号、样品量、样品数、采样日期、采样人姓名等。样品储存于避光、阴凉、干燥处。

6　检验方法

6.1　感官指标检验

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。

6.2　理化指标检验

6.2.1　原花青素含量

按照附录A中规定的检验方法进行测定。

6.2.2　水分

按照GB 5009.3规定执行。

6.2.3　灰分

按照GB 5009.4规定执行.

6.2.4　粒度

采用手动筛分法，称取各品种项下规定的试样25 g，置80目药筛中(筛下配有密合的接收容器)，筛上加盖。按水平方向旋转振摇至少3分钟，并不时在垂直方向轻叩筛。取筛下的颗粒及粉末，称定重量，计算其所占比例(%)；重复上述操作直至连续两次筛分后，各药筛上遗留颗粒及粉末重量的差异不超过前次遗留颗粒及粉末重量的5 %或两次重量的差值不大于0.1 g。

试样中粒度通过率,按式(1)进行计算:

$$X = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

式中:

X——试样中粒度（过80目筛）通过率,单位为百分比（%）；

m_1——试样的质量,单位为克(g)；

m_2——80目药筛筛下的颗粒及粉末质量,单位为克(g)；

100——单位换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

7 检验规则

7.1 组批与抽样

同等级，同一投料生产的产品，以同一生产日期为一批次。

7.2 检验分类

产品检验分出厂检验和型式检验。

7.2.1 出厂检验

出厂检验项目包括色泽、气味、形状、原花青素含量、水分、灰分、粒度。

7.2.2 型式检验

型式检验项目包括第4章所列的全部感官指标和理化指标。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。

7.3 判定规则

7.3.1 每批次产品出厂前须经质检部门按本文件规定进行检验，检验合格并出具合格证后方可出厂。

7.3.2 产品级别根据各项技术指标断定，只要产品技术指标有一项不符，则用低一级指标判定，直至完全符合。只要有一项低于合格品指标，则判为不合格品。

7.3.3 如检验结果不符合本文件要求时，可在同批次产品中加倍取样，复检不合格项目，以复检结果为准。

7.3.4 出厂检验判断规则按 7.3.1-7.3.3 判定，型式检验如检出不符合则判为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品标签应标注：产品名称、生产日期或批号、保质期、原花青素含量、净质量、生产厂名。

8.2 包装

产品内包装为无菌真空塑料包装袋；产品外包装为纸板桶包装；产品规格按客户要求包装。

8.3 运输和贮存

运输工具和贮存场所应清洁、干燥、无污染，防止日晒、雨淋、受潮，不得与有毒、有害和有挥发性气味的物品混存、混运。

9 保质期

在符合8.3条件下，产品保质期为24个月。

附 录 A
（规范性）
原花青素的测定方法

A.1 试剂和溶液

A.1.1 GB/T 6682规定的一级水。

A.1.2 硫酸铁铵：分析纯。

A.1.3 正丁醇：分析纯。

A.1.4 盐酸：分析纯。

A.1.5 甲醇：分析纯。

A.1.6 对照品：原花青素（Proanthocyanidins） CAS号4852-22-6，纯度≥95%。

A.1.7 2 mol/L盐酸溶液：准确量取盐酸20 mL于烧杯中，加100 mL水，摇匀，备用。

A.1.8 2%硫酸铁铵溶液：精确称取2.0 g硫酸铁铵，置于100 mL小烧杯中，加入30-50 mL的2 mol/L盐酸溶解后，放冷至室温，转移到100 mL容量瓶中，再用2 mol/L盐酸溶液定容至刻度，摇匀，即得。

A.1.9 5%盐酸-正丁醇（V/V）溶液：于100 mL小烧杯中加入大约2/3体积的正丁醇，量取5.0 mL盐酸加入，放冷至室温，转移到100 mL容量瓶中，再用正丁醇定容至刻度，摇匀。

A.2 仪器设备

A.2.1 分析天平：感量0.0001 g。

A.2.2 紫外-可见光分光光度计。

A.2.3 容量瓶：10 mL、50 mL、100 mL。

A.2.4 电热恒温水浴锅：温度精度±1℃。

A.2.5 涡旋混合仪。

A.2.6 具盖安瓿瓶：10 mL。

A.2.7 封口钳。

A.2.8 超声波提取机。

A.3 操作方法

A.3.1 标准溶液的配制

A.3.1.1 原花青素标准储备液（1.0 mg/mL）:精密称取原花青素标准品 10 mg，精确到 0.0001 g，置 10 mL 容量瓶中，加甲醇溶解并定容至刻度，即得浓度为 1.0 mg/mL 标准储备液，溶液现用现配。

A.3.1.2 原花青素标准系列工作液：准确量取原花青素储备液 0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL 分别置于 10 mL 容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，得浓度为 50 μg/mL、100 μg/mL、150 μg/mL、200 μg/mL、250 μg/mL 的标准系列工作溶液。

A.3.2　供试品溶液制备：精密称取供试品50.0-100.0 mg，精确到0.0001 g，置100 mL容量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，离心或放置澄清后取上清液作为供试品溶液。如样品原花青素含量较高，再精密量取上清液10mL，置100mL容量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液。

A.3.3　标准曲线的绘制：准确吸取原花青素标准系列工作液各1 mL于安瓿瓶中，加入5%盐酸-正丁醇（V/V）溶液（A.1.9）6 mL，2%硫酸铁铵溶液（A.1.8）0.2 mL，混匀，用封口钳将其密封。置于沸水浴中加热反应40 min，取出，立即置于冰水浴中冷却至室温，以甲醇为空白，于550 nm波长处测定吸光度，显色在1 h内稳定。以吸光度为纵坐标，原花青素浓度为横坐标绘制标准曲线。

A.3.4　样品溶液的测定：精密吸取A.3.2中供试品溶液1 mL，置于安瓿瓶中，然后按照标准曲线制作步骤执行，以相应试剂为空白，测定样品吸光度，用标准曲线计算试样中原花青素含量。

A.4　结果计算

原花青素含量以质量分数X计，数值以%标示，按公式（A.1）计算：

$$X=\frac{CfV}{M}\times 10^{-4} \quad \text{A.1}$$

式中：

X——原花青素含量，单位为百分比（%）；

C——供试品中原花青素的含量，单位为微克每毫升（μg/mL）；

f——稀释倍数；

V——供试品溶液总体积，单位为毫升（mL）；

M——供试品的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后一位。

A.5　精密度

两次重复测定结果相对标准偏差应小于5%