

中华人民共和国国家标准

GB 9697—2008
代替 GB/T 9697—2002

蜂 王 浆

Royal jelly

2008-06-27 发布

2009-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第 4 章是强制性的,其余是推荐性的。

本标准代替 GB/T 9697—2002《蜂王浆》。

本标准与 GB/T 9697—2002 相比主要变化如下:

- 由推荐性标准改为条文强制性标准;
- 增加了术语和定义;
- 修改了蜂王浆的定义;
- 调整了蛋白质含量的界限值。

本标准的附录 A 是规范性附录。

本标准由中华全国供销合作总社提出并归口。

本标准起草单位:南京老山药业股份有限公司、中华全国供销合作总社蜜蜂产品标准化技术委员会秘书处、中国蜂产品协会蜂王浆专业委员会。

本标准主要起草人:李子健、管春华、李晓栋、陈明虎、杨寒冰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 9697—2002。

蜂 王 浆

1 范围

本标准规定了蜂王浆的定义、等级、品质、试验方法、包装、标志、贮存、运输要求。

本标准适用于蜂王浆的生产和贸易。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 5009.4—2003 食品中灰分的测定

GB 7718 预包装食品标签通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

蜂王浆 royal jelly

蜂皇浆 royal jelly

工蜂咽下腺和上腭腺分泌的，主要用于饲喂蜂王和蜂幼虫的乳白色、淡黄色或浅橙色浆状物质。

4 要求

4.1 感官要求

4.1.1 色泽

无论是粘浆状态还是冰冻状态，都应是乳白色、淡黄色或浅橙色，有光泽。冰冻状态时还有冰晶的光泽。

4.1.2 气味

粘浆状态时，应有类似花蜜或花粉的香味和辛香味。气味纯正，不得有发酵、酸败气味。

4.1.3 滋味和口感

粘浆状态时，有明显的酸、涩、辛辣和甜味感，上腭和咽喉有刺激感。咽下或吐出后，咽喉刺激感仍会存留一些时间。冰冻状态时，初品尝有颗粒感，逐渐消失，并出现与粘浆状态同样的口感。

4.1.4 状态

常温下或解冻后呈粘浆状，具有流动性。不应有气泡和杂质（如蜡屑等）。

4.2 等级

根据理化品质，蜂王浆分为优等品和合格品两个等级。

4.3 理化要求

产品等级和理化要求见表 1。

表 1 产品等级和理化要求

指 标	优 等 品	合 格 品
水分/% ≤	67.5	69.0
10-羟基-2-癸烯酸/% ≥	1.8	1.4
蛋白质/%	11~16	
总糖(以葡萄糖计)/% ≤	15	
灰分/% ≤	1.5	
酸度(1 mol/L NaOH)/(mL/100 g)	30~53	
淀粉	不得检出	

4.4 安全卫生要求

应符合国家法律、法规和政府规章要求,符合国家有关标准规定的安全卫生要求。

4.5 真实性要求

不得添加或取出任何成分。

5 试验方法

如无特别说明,各方法所用试剂均为分析纯试剂,水为蒸馏水。

5.1 样品制备

采用不锈钢棒、管或勺作为取样器。将样品装入样品瓶内,充分搅拌使混合均匀,作为待测样品。每件样品应不少于 20 g。

取样后应立即试验。如不能及时试验,应在-18℃冰箱中冰冻保存。

5.2 水分

5.2.1 仪器

- a) 减压干燥箱;
- b) 称量瓶:高 25 mm,直径 35 mm;
- c) 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.2.2 试验步骤

取蜂王浆试样约 0.5 g,置于已干燥至恒量的称量瓶中,精密称定,摊平,放入减压干燥箱,在温度 75℃,压力-0.095 MPa~-0.10 MPa(-730 mmHg~-760 mmHg)下干燥 4 h 后取出称量瓶,置于干燥器中,冷却 30 min 后称量,反复干燥直至前后两次质量差不超过 2 mg,为恒量。

5.2.3 计算

蜂王浆中水分含量按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X_1 ——蜂王浆中水分含量,%;
- m_1 ——称量瓶和试样的质量,单位为克(g);
- m_2 ——称量瓶和试样干燥至恒重后的质量,单位为克(g);
- m_3 ——称量瓶的质量,单位为克(g)。

5.2.4 平行试验相对偏差

平行试验相对偏差不得超过 0.8%。

5.3 10-羟基-2-癸烯酸

5.3.1 试剂

本试验所用水为重蒸馏水。

- 甲醇:紫外光谱纯或在检测波长处透光率大于30%的分析纯。
- 无水乙醇:优级纯。
- 内标物:对羟基苯甲酸甲酯,含量99.0%。
- 10-HDA标准品:99.0%以上。使用前应在放有浓硫酸的减压干燥器内减压干燥24 h。
- 10-HDA标准溶液:取干燥后的10-HDA标准品约25 mg,精密称定,加无水乙醇溶解并移入25 mL容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含10-HDA约1 mg。
- 内标溶液:取已干燥过的对羟基苯甲酸甲酯约650 mg,精密称定,加无水乙醇溶解并移入1 000 mL容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含内标物约0.65 mg。
- 盐酸($c=0.03 \text{ mol/L}$):量取0.1 mol/L盐酸100 mL,加入200 mL重蒸馏水中。
- 流动相 $\phi(\text{CH}_3\text{OH}+0.03 \text{ mol/L HCl}+\text{H}_2\text{O})=55+10+35$ 。

5.3.2 仪器

- 高效液相色谱仪:配置紫外检测器,记录仪或微处理机;
- 色谱柱:4.6 mm $\times$ 250 mm不锈钢柱,填充无定形硅胶 C_{18} 键合相,5 μm 或10 μm ;
- 超声波清洗仪;
- 旋涡混匀器;
- 分析天平:感量0.000 1 g。

5.3.3 试验步骤

5.3.3.1 试样处理

样品解冻至室温后用玻璃棒搅匀,取约0.5 g,置于已称定的50 mL容量瓶中,精密称定,加0.03 mol/L盐酸1 mL和水2 mL,置旋涡混匀器上混合使试样溶解,加无水乙醇30 mL,边加入边轻轻摇动,再精密加入内标溶液10 mL,并用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,立即置超声波浴中超声15 min,或置旋涡混匀器上振荡15 min,取出,在3 000 r/min下离心10 min后测定。如不能及时测定,应放置在冰箱中冷藏待测。

5.3.3.2 色谱条件

测定波长:210 nm;柱温度:35 $^{\circ}\text{C}$;流动相流速:1 mL/min。

5.3.3.3 校正因子测定

精密吸取10-HDA标准溶液0.5,1,2,3,4,5 mL至10 mL容量瓶中。精密加入内标溶液2 mL,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀。分别吸取此溶液2 μL ,注入色谱仪,用峰面积比值计算,应呈线性,求出校正因子 F 。

5.3.3.4 试样测定

吸取试样溶液4 μL ,注入色谱仪,按“内标法”定量。

5.3.4 计算

蜂王浆中10-羟基-2-癸烯酸含量按式(2)计算:

$$X_2 = F \times \frac{A_i}{A_s} \times \frac{m_s}{m_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X_2 ——蜂王浆中10-羟基-2-癸烯酸含量,%;

F ——校正因子;

A_i ——试样中被测组分峰面积;

A_s ——试样中内标物峰面积;

m_s ——内标物质量,单位为克(g);

m_i ——试样质量,单位为克(g)。

5.3.5 平行试验相对偏差

平行试验相对偏差不得超过 2.0%。

5.4 蛋白质

5.4.1 试剂

- 浓硫酸($\omega=95\%\sim98\%$);
- 硫酸铜与硫酸钾混合试剂:称取硫酸铜 1 g、硫酸钾 10 g,置研钵中混合均匀,研细备用;
- 混合指示剂:量取甲基红乙醇溶液($\rho=1\text{ g/L}$)2 份,溴甲酚绿乙醇溶液($\rho=2\text{ g/L}$)3 份,混匀;
- 硼酸吸收液($\rho=20\text{ g/L}$):称取硼酸 2.0 g,置于 100 mL 具塞量筒中,加乙醇 20 mL,并加蒸馏水稀释至刻度,振摇使硼酸溶解,备用;
- 氢氧化钠溶液($\rho=400\text{ g/L}$):称取氢氧化钠 40 g,加蒸馏水稀释至 100 mL;
- 稀硫酸:量取浓硫酸 5.7 mL,加蒸馏水稀释至 100 mL;
- 盐酸标准溶液(0.1 mol/L):按 GB/T 601 配制和标定。使用前准确稀释 10 倍。

5.4.2 仪器

- 凯氏定氮法消化装置、50 mL 凯氏烧瓶(如使用远红外消解电炉则配用 50 mL 消解管加曲颈漏斗);
- 10 mL 酸式滴定管;
- 分析天平:感量 0.000 1 g;
- 半微量法蒸馏装置(见附录 A)。

5.4.3 试验步骤

5.4.3.1 蒸馏装置的清洗

连接蒸馏装置,A 瓶中加适量蒸馏水与甲基红指示液数滴,加稀硫酸使成酸性,加玻璃珠或沸石数粒,从 D 漏斗加蒸馏水约 50 mL,关闭 G 夹,开放冷凝水,煮沸 A 瓶中蒸馏水。当蒸气从冷凝管尖端冷凝而出时,移去火源,关 H 夹,使 C 瓶中的蒸馏水反冲到 B 瓶中。开 G 夹,放出 B 瓶中的蒸馏水,关 B 瓶及 G 夹。将冷凝管尖端浸入约 50 mL 蒸馏水中,使蒸馏水自冷凝管尖端反冲至 C 瓶,再冲至 B 瓶,如上法放去蒸馏水。如此将仪器洗涤 2 次~3 次。

5.4.3.2 消化

取蜂王浆试样约 1 g 置已称定的滤纸上,精密称定后包好,放入凯氏烧瓶或消解管中。加入硫酸铜与硫酸钾混合试剂 2 g,再沿瓶壁缓缓加入浓硫酸 10 mL,充分混合,在瓶口放一小漏斗,使烧瓶成 45°斜置,开始用较低温度缓缓加热,使溶液温度保持在沸点以下,等泡沸停止后,逐步加大电力,待消化溶液沸腾,保持此状态但不使溶液溢出,待溶液成澄明的绿色后,继续加热 30 min,冷却后转移至 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀备用。

5.4.3.3 蒸馏

量取 20 g/L 硼酸溶液 10 mL,置 100 mL 锥形瓶中,加混合指示剂 5 滴,将冷凝管尖端浸入液面下以后,精密吸取上述消化溶液 5 mL,经由 D 漏斗移入反应管中,再加入 400 g/L 氢氧化钠溶液 10 mL,用少量蒸馏水洗 D 漏斗数次,关 G 夹,加数毫升蒸馏水于 D 漏斗中以封闭管路。加热 A 瓶(瓶中的蒸馏水应滴加稀硫酸保持酸性),进行水蒸气蒸馏,从硼酸溶液开始由酒红色变为蓝绿色时起,继续蒸馏 10 min 后,将冷凝管尖端提出液面,使蒸气继续冲洗 1 min,用少量蒸馏水淋洗尖端后,停止蒸馏。

5.4.3.4 滴定

将吸收液用 0.01 mol/L 盐酸标准溶液滴定至由蓝绿色变为灰紫色为终点。

5.4.4 计算

蜂王浆中蛋白质含量按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_0) \times c_1 \times 0.014}{m_4 \times \frac{5}{100}} \times 6.25 \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_3 ——蜂王浆中蛋白质含量,以质量分数表示,%;

V_1 ——滴定试样时 0.01 mol/L 盐酸标准溶液消耗的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白时 0.01 mol/L 盐酸标准溶液消耗的体积,单位为毫升(mL);

c_1 ——盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.014——氮的毫摩尔质量,单位为克(g);

m_4 ——样品的质量,单位为克(g);

6.25——氮换算为蛋白质的系数。

5.4.5 平行试验的相对偏差

平行试验相对偏差不得超过 3.0%。

5.5 总糖

5.5.1 试剂

a) 葡萄糖标准溶液:精密称取经 98 °C ~ 100 °C 干燥至恒重的纯葡萄糖(比旋光度 +52.5° ~ +53°)1.000 g,加蒸馏水溶解后加入盐酸 5 mL,并以蒸馏水稀释至 1 000 mL,此溶液每毫升相当于 1 mg 葡萄糖。

b) 碱性酒石酸铜甲液:称取硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)15 g 及次甲基蓝 0.05 g,加蒸馏水溶解并稀释至 1 000 mL,贮存于密塞瓶内。

c) 碱性酒石酸铜乙液:称取酒石酸钾钠 50 g 及氢氧化钠 75 g,加蒸馏水溶解,加入亚铁氰化钾 4 g,待其完全溶解后,用蒸馏水稀释至 1 000 mL,贮存于密塞聚乙烯塑料瓶内。

碱性酒石酸铜溶液的标定:精密吸取碱性酒石酸铜甲液和乙液各 5 mL,置于 150 mL 锥形瓶中,加蒸馏水 10 mL,自滴定管加葡萄糖标准溶液约 9 mL,控制在 2 min 内加热至沸,趁沸以每 2 s 一滴的速度继续滴加葡萄糖标准溶液,直到溶液蓝色刚好褪去为终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的总容积,同时平行操作三份,取其平均值,计算每 10 mL(甲液、乙液各 5 mL)碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量(mg)。

d) 乙酸锌溶液($\rho=219$ g/L):称取乙酸锌 21.9 g,加冰乙酸 3 mL,加蒸馏水溶解并稀释至 100 mL。

e) 亚铁氰化钾溶液($\rho=106$ g/L)。

f) 浓盐酸($\omega=36\% \sim 38\%$)。

g) 盐酸($c=6$ mol/L):量取盐酸 50 mL,加蒸馏水稀释至 100 mL。

h) 氢氧化钠溶液($\rho=200$ g/L)。

i) 甲基红指示液($\rho=1$ g/L,乙醇溶液)。

5.5.2 仪器

a) 电热恒温水浴锅:温度波动 ± 1 °C;

b) 分析天平,感量 0.000 1 g,或电子天平,感量 0.001 g。

5.5.3 试验步骤

5.5.3.1 试样处理

精密称取蜂王浆试样约 4 g,置于 100 mL 容量瓶中,加蒸馏水 50 mL,振摇使试样溶解后缓缓加入乙酸锌溶液及亚铁氰化钾溶液各 5 mL,加蒸馏水稀释至刻度,摇匀。静置 30 min 后用干燥滤纸过滤,弃去初滤液数毫升,滤液备用。

精密吸取上款滤液 50 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加入盐酸($c=6$ mol/L)10 mL,摇匀,置于电热

恒温水浴锅中,在 68℃~70℃下水解 10 min,流水冷却至室温,加甲基红指示液 2 滴,摇匀,用氢氧化钠溶液($\rho=200$ g/L)中和至溶液呈黄色,加蒸馏水稀释至刻度,摇匀,作为试样溶液备用。

5.5.3.2 试样溶液滴定

精密吸取碱性酒石酸铜甲液和乙液各 5 mL,置于 150 mL 锥形瓶中,加蒸馏水 10 mL,控制在 2 min 加热至沸,以先快后慢的速度,从滴定管中滴加试样溶液,并保持溶液沸腾状态,待溶液颜色变浅时,以每 2 s 一滴的速度滴定,直至蓝色刚好褪去为终点,记录试样溶液消耗体积。

5.5.4 计算

蜂王浆中总糖含量按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{T}{m_5 \times \frac{V_2}{100} \times \frac{1}{2} \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X_4 ——蜂王浆中总糖(以葡萄糖计)含量,以质量分数表示,%;

T ——碱性酒石酸铜溶液滴定度,10 mL 碱性酒石酸铜溶液(甲液、乙液各 5 mL)相当于葡萄糖的质量,单位为毫克(mg);

m_5 ——试样质量,单位为克(g);

V_2 ——滴定时试样溶液所消耗的体积,单位为毫升(mL)。

5.5.5 平行试验相对偏差

平行试验相对偏差不得超过 3.0%。

5.6 灰分

5.6.1 试剂

浓硫酸($\omega=95\%\sim98\%$)。

5.6.2 仪器

- a) 分析天平:感量 $\pm 0.000\,1$ g;
- b) 石英或瓷坩埚:30 mL;
- c) 干燥器:内置硅胶干燥剂;
- d) 高温炉。

5.6.3 试验步骤

5.6.3.1 按 GB/T 5009.4—2003 中 4.1 执行。

5.6.3.2 精密称量蜂王浆试样约 1.5 g,置于已灼烧至恒量的坩埚中,先用小火加热使样品充分炭化至无烟。冷却至室温,加入浓硫酸 0.5 mL~1 mL,使样品湿润。低温加热除尽硫酸蒸汽。置高温炉中,在 700℃~800℃下灼烧至无炭粒,即灰化完全。温度降至 200℃以下后取出,放入干燥器中冷却至室温,称量。重复灼烧至前后两次称量相差不超过 0.3 g 为恒量。

5.6.4 计算

蜂王浆中灰分含量按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_6 - m_7}{m_8 - m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

X_5 ——蜂王浆中灰分含量,以质量分数表示,%;

m_6 ——坩埚和灰分的质量,单位为克(g);

m_7 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m_8 ——坩埚和试样的质量,单位为克(g)。

5.6.5 平行试验相对偏差

平行试验相对偏差不得超过 2.0%。

5.7 酸度

5.7.1 试剂

氢氧化钠溶液($c=0.1\text{ mol/L}$):按 GB/T 601 标准配制并标定。

5.7.2 仪器

- a) 酸度计:pH 值精度为 0.1;
- b) 滴定管:10 mL;
- c) 分析天平:感量 $\pm 0.0001\text{ g}$ 和感量 $\pm 0.001\text{ g}$ 。

5.7.3 试验步骤

称取蜂王浆试样 1.00 g,置于 100 mL 烧杯中,加入新煮沸并已冷却的蒸馏水 75 mL,用氢氧化钠标准溶液($c=0.1\text{ mol/L}$)滴定,至酸度计指示 pH8.3 为终点。

5.7.4 计算

滴定消耗的氢氧化钠标准溶液的毫升数与浓度值(mol/L)相乘,再乘以 100,即为试样的酸度。

5.7.5 平行试验相对偏差

平行试验相对偏差不得超过 5%。

5.8 淀粉

5.8.1 试剂

碘溶液($\rho=13\text{ g/L}$):称取碘 1.3 g、碘化钾 3.6 g,置于 200 mL 烧杯中,加蒸馏水 30 mL,再加浓盐酸 1 滴溶解后加蒸馏水至 100 mL,搅匀,置于棕色瓶中,密塞备用。

5.8.2 试验步骤

称取蜂王浆试样约 0.2 g,置于 50 mL 烧杯中,加入蒸馏水 10 mL,搅匀,加热至沸,冷却至室温后加入碘液($\rho=13\text{ g/L}$)数滴,不得呈蓝色。

6 包装、标志、贮存、运输

6.1 包装

包装容器应符合安全卫生要求,包装严密、牢固。

6.2 标志

产品包装上应标明产品名称、产地、收购单位、检验员姓名、收购日期、净含量/毛重及皮重。

用作预包装食品时,其标签应符合 GB 7718 要求。

运输包装应标明产品名称、数量和运输图示标志。

6.3 贮存

贮存温度应在 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下。

不同产地、不同时间生产的蜂王浆要分别存放(装瓶、装箱)。

不得与有异味、有毒、有腐蚀性和可能产生污染的物品同库存放。

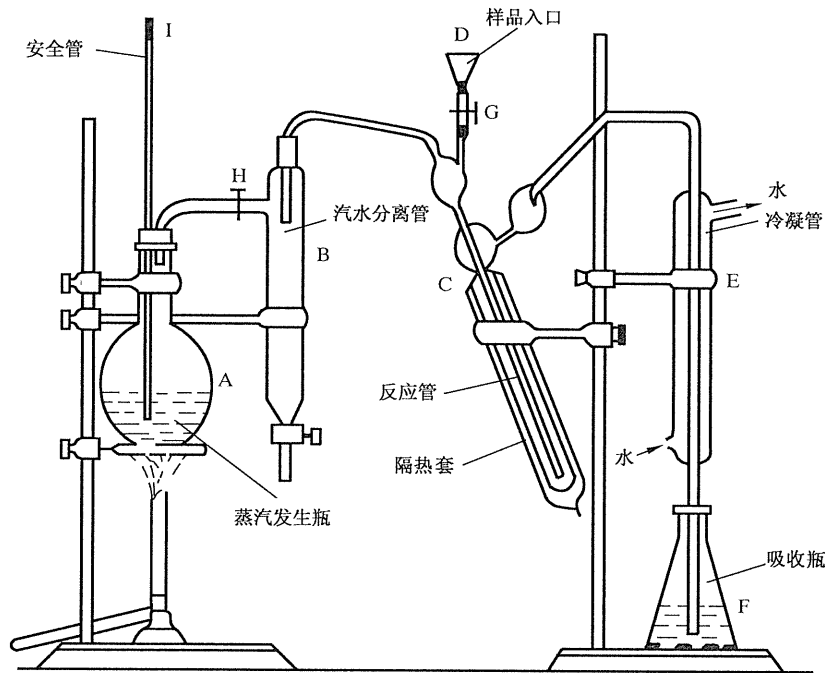
6.4 运输

应低温运输,不得与有异味、有毒、有腐蚀性和可能产生污染的物品同装混运。

附 录 A
(规范性附录)

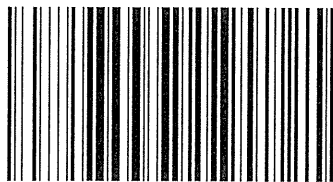
蛋白质含量试验的半微量法蒸馏装置

蜂王浆中蛋白质试验的半微量法蒸馏装置见图 A.1。



- | | |
|-------------------|----------------|
| A——1 000 mL 圆底烧瓶； | E——直形冷凝管； |
| B——安全瓶； | F——100 mL 锥形瓶； |
| C——连有氮气球的蒸馏器； | G、H——橡皮管夹； |
| D——漏斗； | I——安全管。 |

图 A.1 半微量法蒸馏装置



GB 9697-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-33286