

中华人民共和国国家标准

GB/T 24283—2014

蜂 胶

Propolis

(征求意见稿)

FORMTEXT

2014 - XX - XX 实施

目 次

言	I
范围	1
规范性引用文件	1
术语和定义	1
要求	1
	规范性引用文件

前 言

本标准与GB/T 24283-2009的区别:

- 规范性引用文件增加了 GH/T1081 蜂胶中杨树胶的检测方法—反相高效液相色谱法和 GH/T1087 蜂胶真实性鉴别——高效液相指纹图谱法;
 - 一 修改了蜂胶的定义;
 - 一 增加了杨树属蜂胶的感官要求和理化要求要求
 - 一 修改了其它类型蜂胶感官要求的色泽特征指标:
 - 一 修改了其它类型蜂胶乙醇提取物感官要求的色泽特征指标;
 - 一 修改了其它类型蜂胶及蜂胶乙醇提取物的理化要求;
 - 一 修改了真实性要求;
 - 一 修改了特殊限制要求;
 - 一 增加了安全卫生要求:
 - 一 增加了真实性要求的相应检验方法;
 - 一 修改了标志要求;
- 一 增加了附录 A(规范性附录)酒神菊属蜂胶的要求、附录 B(规范性附录) 高效液相色谱梯度洗脱条件。

本标准由中华全国供销合作总社提出并归口。

本标准所替代的历次版本发布情况为: GB/T24283-2009。

本标准起草单位:北京天恩生物工程高新技术研究所、浙江大学动物科学学院、杭州天厨蜜源保健品有限公司、浙江省缙云县绿纯养蜂专业合作社、广州市宝生园股份有限公司、北京百花蜂业科技发展股份公司、农业部蜂产品质量监督检测中心、中华人民共和国秦皇岛出入境检验检疫局、蜂乃宝本铺(南京)保健食品有限公司、杭州蜂之语蜂业股份有限公司、江西汪氏蜜蜂园有限公司。

蜂 胶

1 范围

本标准规定了蜂胶及蜂胶乙醇提取物的定义及其品质、检验方法、包装、标志、贮存、运输要求。 本标准适用于蜂胶及蜂胶乙醇提取物的加工、贸易,不适用于以蜂胶为原料加工而成的制品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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/T 191 包装储运图示标志

GH/T 1081 蜂胶中杨树胶的检测方法 - 反相高效液相色谱法

GH/T 1087 蜂胶真实性鉴别—高效液相指纹图谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3. 1

蜂胶 Propolis

工蜂采集胶源植物树脂等分泌物与其上颚腺、蜡腺等分泌物混合形成的胶粘性物质。因蜂胶的植物来源不同,蜂胶的主要类型分为杨树属蜂胶和酒神菊属蜂胶等。

3. 2

杨树属蜂胶 Poplar-type propolis

以杨树属(Populus)为主要植物来源的蜂胶。

3.3

酒神菊属蜂胶 Baccharis-type propolis

以酒神菊属(Baccharis)为主要植物来源的蜂胶,主要产地巴西。

3.4

蜂胶乙醇提取物 Ethanol extracts of propolis

乙醇萃取蜂胶后得到的物质。

3.5

总黄酮 Total flavonoids

黄酮类物质含量的总和。

4. 要求

4.1 感官要求

4.1.1 杨树属蜂胶及其乙醇提取物的感官要求应符合表 1 和表 2 的规定。

表 1 杨树属蜂胶的感官要求

项目	特 征
色泽	褐色、黄褐色
状 态	团块或碎渣状,不透明,约30℃以上随温度升高逐渐变软,且有粘性
气味	有蜂胶所特有的芳香气味,燃烧时有树脂乳香气,无异味
滋味	微苦、略涩,有微麻感和辛辣感

4.1.2 杨树属蜂胶乙醇提取物的感官要求应符合表 2 的规定。

表 2 杨树属蜂胶乙醇提取物的感官要求

项目	特征
结 构	断面结构紧密
色 泽	褐色、深褐色,有光泽
状 态	固体状,约30℃以上随温度升高逐渐变软,且有粘性
气味	有蜂胶所特有的芳香气味,燃烧时有树脂乳香气,无异味
滋味	微苦、略涩,有微麻感和辛辣感

4.1.3 其它类型蜂胶的感官要求应符合表3的规定。

表 3 其它类型蜂胶的感官要求

项目	特 征
色泽	棕黄色、棕红色、褐色、黄褐色、灰褐色、青绿色、灰黑色等
状态	团块或碎渣状,不透明,约30℃以上随温度升高逐渐变软,且有粘性
气味	有蜂胶所特有的芳香气味,燃烧时有树脂乳香气,无异味
滋味	微苦、略涩,有微麻感和辛辣感

4.1.4 其它类型蜂胶乙醇提取物的感官要求应符合表 4 的规定。

表 4 其它类型蜂胶乙醇提取物的感官要求

项目	特征
结 构	断面结构紧密
色 泽	棕褐色、深褐色,有光泽
状 态	固体状,约30℃以上随温度升高逐渐变软,且有粘性
气味	有蜂胶所特有的芳香气味,燃烧时有树脂乳香气,无异味
滋味	微苦、略涩,有微麻感和辛辣感

4.2 理化要求

4.2.1 杨树属蜂胶及其乙醇提取物的理化要求应符合表5的规定。

17

20

22

THE THE	杨树属蜂胶		杨树属蜂胶乙醇提取物	
项目	一级品	二级品	一级品	二级品
乙醇提取物含量(g/100g) ≥	50	30	98	95

表5 杨树属蜂胶及其乙醇提取物的理化要求

4.2.2 其它类型蜂胶及蜂胶乙醇提取物的理化要求应符合表 6 的规定

 \leq

13

主に	其它类型蜂脱	さな水のウ	平平 10 HD HP	加加州山西北
えてり	+ 6 关 全 辑 //	义/父类丰/汉 乙	"好"在"秋"的	加压化女水

项 目	蜂 胶		蜂胶乙醇提取物	
项 目	一级品	二级品	一级品	二级品
乙醇提取物含量(g/100g) ≥	50	30	98	95
总黄酮(g/100g) ≥	13	6	20	17
氧化时间/s ≤	22			

4.3 酒神菊属蜂胶要求见附录 A

4.4 真实性要求

总黄酮 (g/100g)

氧化时间/s

- 4.4.1 不得人为添加或混入任何其它物质。
- 4.4.2 非蜜蜂采集,人工加工而成的任何树脂胶状物不应称之为"蜂胶"。
- **4.4.3** 按 GH/T1081 蜂胶中杨树胶的检测方法一反相高效液相色谱法的要求,如果蜂胶乙醇提取物样品中水杨苷检测浓度大于 0.25 mg/g,或蜂胶原料样品中水杨苷检测浓度大于 0.15 mg/g,则被检样品判定为检出杨树胶的样品。如果待测样品中检测不到水杨苷,而检测到 CCP 的,则该样品判定为检出杨树胶的样品。
- **4.4.4** 按 GH/T1087 蜂胶真实性鉴别——高效液相指纹图谱法的要求,供试样品指纹图谱含有与杨树属蜂胶对照指纹图谱相应的 15 个主要特征色谱峰,但某个特征峰峰高异常,峰面积是蜂胶对照指纹图谱的 2 倍以上,可判定为"掺有黄酮类化合物"。
- **4.4.5** 按 GH/T1087 蜂胶真实性鉴别——高效液相指纹图谱法的要求,供试样品指纹图谱与杨树属蜂胶对照指纹图谱的 15 个主要特征色谱峰相比,不呈现 6 个以上杨树属蜂胶的主要特征色谱峰。可判定为"非杨树属蜂胶物质"。

注:采集蜂胶时及提取蜂胶前,应对与蜂胶混合在一起的杂物进行清理.

4.5 特殊限制要求

- 4.5.1 不应使用含有污染物质的器具、盖布及铁纱网采集蜂胶。
- 4.5.2 从蜂胶中分离出的部分物质及其剩余的物质不应称之为"蜂胶"。
- **4.5.3** 不应 60[℃] 以上高温加热、室外曝晒。

4.6 安全卫生要求

应符合有关法律、法规和政府规章以及国家规定的有关安全卫生的要求。

5. 试验方法

5.1 取样方法

从被检样品的不同部位均匀取样,每批取样总量不超过 300g。

5.2 感官要求的检验

5.2.1 蜂胶感官要求的检验

5.2.1.1 色泽、状态

在自然光线良好的条件下,观察样品外表色泽。取少许上述样品混匀后,加热至 35℃ 左右,用手揉搓成条,再慢慢向两端拉伸。含胶量越大,粘性越大,拉伸长度越长。

5.2.1.2 气味、滋味

取少许样品,嗅其气味是否有蜂胶特有的明显芳香气味,再点燃,嗅其气味是否异常;口尝其滋味。

5.2.2 蜂胶乙醇提取物感官要求的检验

5.2.2.1 结构

将蜂胶乙醇提取物样品放在 15℃ 以下 2 h~3 h, 用锤砸开, 观察其断面。

5.2.2.2 色泽、状态

按 5.2.1.1 规定的方法检验。

5.2.2.3 气味、滋味

按 5.2.1.2 规定的方法检验。

5.3 理化要求的检验

5.3.1 样品制备

按 5.1 取样的样品放入 10℃ 以下的冰箱中 1h 后,将其粉碎,从中取样 100g 备检。

5.3.2 乙醇提取物含量

5.3.2.1 原理

蜂胶溶于乙醇,用称量乙醇不溶物的重量以减量法获得乙醇提取物重量,计算其占样品重量的百分比。

5.3.2.2 试剂和材料

- a) 乙醇: 分析纯 (≥95%);
- b) 定量滤纸 Φ12.5cm。

5.3.2.3 仪器

- a) 天平 (感量 0.001g)
- b) 100ml 烧杯
- c) 电热鼓风干燥箱
- d) 超声波清洗机
- e) 玻璃漏斗 Φ60mm
- f)玻璃棒
- g) 250ml 锥形瓶

5.3.2.4 步骤

称取经过粉碎处理的蜂胶样品 5g (称准至 0.001g), 置于 100ml 烧杯中,加适量 95% 乙醇,

放入超声波仪中超声, 使样品溶解, 将溶液倒入事先干燥称重过的滤纸及玻璃漏斗过滤到锥形瓶中, 反复数次, 再用少量乙醇洗涤 100ml 烧杯及滤纸两次。然后将残渣及滤纸与玻璃漏在 50℃ 下干燥至恒重。在相同条件下作平行实验。

5.3.2.5 计算:

按公式 (1) 计算

式中:

X₁ 样品中乙醇提取物含量,%;

M₁ 样品质量, g;

M₂ _ 残渣质量, g。

平行实验允许误差不超过 1.5%, 取三次测定的平均值。

5.3.3 总黄酮含量

5.3.3.1 试剂和材料

- a) 聚酰胺粉 (≥100 目);
- b) 芦丁标准溶液: 取 5.0mg 芦丁 (≥99%), 加甲醇溶解并定容至 100mL , 即得 50 µg/mL;
- c) 乙醇: 分析纯 (≥95%);
- d) 甲醇: 分析纯 (≥95%)。

5.3.3.2 仪器

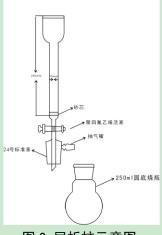


图 2 层析柱示意图

- a) 紫外可见光分光光度计
- b)层析柱: 350mm(长)× 15mm (内径)、具活塞、砂芯、抽气嘴、圆底烧瓶, 见图 1;
- c) 容量瓶: 10mL;
- d) 移液器: 100uL-1000uL;
- e) 移液管: 1mL-5mL;
- f)玻璃蒸发皿: 90mm。

5.3.3.3 步骤

a) 试样处理: 称取经过粉碎处理的蜂胶样品 1g ,或蜂胶乙醇提取物 0.3g 于容量瓶中,用乙醇定容至 100mL,摇匀后,超声提取 20min ,放置,用移液管吸取溶液 1mL 于玻璃蒸发皿中,加入 5mL 乙醇及 1g 聚酰胺粉,用玻璃棒混匀吸附,于 60℃ 水浴上挥去乙醇,然后转入关闭活塞的层析柱中。量取 20mL 苯液,清洗玻璃蒸发皿再将苯液转入层析柱中,分 3 次完成。15 分钟后开启层析柱活塞,弃去苯液并关闭层析柱活塞,取下圆底烧瓶,将 25mL 容量瓶装于层析柱下方。量取 20mL 甲醇,分 3

次清洗玻璃蒸发皿,再将甲醇转入层析柱中,15分钟后开启层析柱活塞将黄酮洗脱于 25mL 容量瓶中,用甲醇定容至 25mL。此液置 1cm 比色皿中于波长 360nm 测定吸收值。同时以芦丁为标准品,用标准曲线法定量。

b) 芦丁标准曲线:分别吸取芦丁标准溶液 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL 于 10mL 容量 瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,置 1cm 比色皿中于波长 360nm 测定吸收值,绘制标准工作曲线,计算回归方程。

5.3.3.4 计算和结果表示:

按公式(2)计算

$$X_{2} = \begin{array}{c} A \times V_{2} \times 100 \\ ----- \\ V_{1} \times M_{3} \times 1000 \end{array}$$
 (2)

式中:

X₂一 试样中总黄酮的含量, mg/100g;

A- 由标准曲线算得被测液中黄酮量, μg;

M₃一 试样质量, g;

 V_1 一 吸取的上清液体积, mL;

 V_2 一 试样定容总体积, mL;

计算结果保留二位有效数字。

5.3.4 氧化时间

5.3.4.1 原理

蜂胶中还原性物质的含量.通常用高锰酸钾紫红色溶液消退的时间来表示.

5.3.4.2 试剂

- a) 乙醇 95%:
- b) 0.1mo1/1 高锰酸钾溶液:按GB 601规定配制;
- c) 20% 硫酸:在 1000mL 容量瓶中加入 700mL 水和 124mL 浓硫酸,加水至刻度,摇匀。

5.3.4.3 仪器

- a) 天平 (感量 0.001g);
- b) 具塞磨口锥形瓶 250m1;
- c) 容量瓶 100mL;
- d) 试管 24mm×200mm;
- e) 移液管 10mL、2mL、1mL;
- f) 秒表。

5.3.4.4 步骤

在室温 18-22℃ 下, 称取 0.2g 蜂胶样品(称准至0.00Ig), 置于 250mL 锥形瓶中, 加入 5mL 乙醇, 盖好塞子低速振荡 1h, 然后加入 100mL 水. 充分摇匀后过滤, 收集滤液。

用移液管吸取 10mL 滤液放入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度.

用移液管吸取 2mL 稀释液于 50mL 试管中,加入 1mL 20%硫酸,摇匀 1min,再用滴管加入1滴(0.035 - 0040ml) 0.1mo1/1 高锰酸钾溶液,同时开动秒表,当溶液紫红色消退时停秒表,记录时间。

5.3.4.5 平行试验允许误差不超过 1秒,取平均值报告。

5.4 真实性要求的检验

- 5.4.1 "水杨苷"、"CCP"按 GH/T1081《蜂胶中杨树胶的检测方法 反相高效液相色谱法》检验.
- 5.4.2 "掺有黄酮类化合物"、"非蜂胶物质"按 GH/T1087《蜂胶真实性鉴别——高效液相指纹图谱法》

检验.

6 包装

- 6.1 应采用符合国家食品安全卫生要求的材料包装。蜂胶乙醇提取物应定量包装。包装场地应符合食品安全卫生要求。包装应严密、牢固,便于装卸、贮存和运输。
- 6.2 应按等级分别包装。

7 标志

- 7.1 包装上应标明产品名称、等级、净含量、生产日期、保质期、贮存条件和生产者的名称、地址。
- 7.2 图示标志应符合 GB/T191 的规定。

8 贮存

- 8.1 贮存场所应清洁卫生、干燥、阴凉、通风,不应与有毒、有害、有异味、有腐蚀性、有放射性和可能发生污染的物品同场所贮存。
- 8.2 产品应按品种、规格分别存放。

9. 运输

- 9.1运输工具应清洁卫生。
- 9.2 不应与有毒、有害、有异味、易污染的物品混装运输。
- 9.3 防高温、曝晒、雨淋。

附录 A

(规范性附录)

酒神菊属蜂胶的要求

A1 酒神菊属蜂胶的感官要求见表 A1

表 A1 酒神菊属蜂胶的感官要求

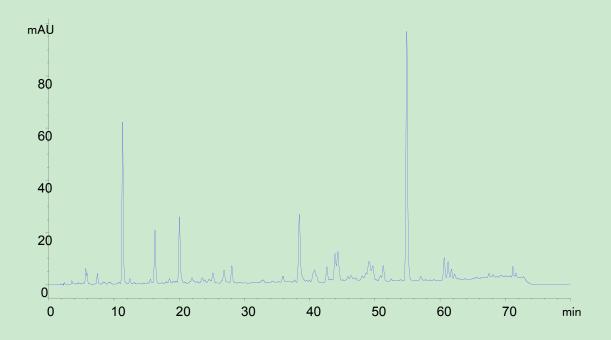
项目	特征
色泽	绿褐色、黄绿色
状态	条块状,部分条块上有蜂孔,不透明,约30℃以上随温度升高逐渐变软,且有粘性
气味	有明显的酒神菊属植物分泌的树脂、香脂的特殊芳香气味,燃烧时有酒神菊属树脂乳香气,无异味
滋味	微苦涩
杂质	无泥土、蜜蜂肢体等杂物。

A2 酒神菊属蜂胶的理化要求见表 A2

表 A2 酒神菊属蜂胶的理化要求

项目	酒神菊属蜂胶	
乙醇提取物含量 (g/100g) ≥	50	
总黄酮 (g/100g) ≥	4	
阿替匹林 C (g/100g) ≥	1.4	
氧化时间 /s 《	22	

A3 酒神菊属蜂胶色谱图



BA 酒神菊属蜂胶色谱图

A4 真实性要求

供试样品图谱中含有阿替匹林C特征峰,且其含量大于或等于0.8%,则被检样品判定为酒神菊属蜂胶,如果待测样品中检测不到阿替匹林C或其含量小于0.8%,则该样品判定为非酒神菊属蜂胶样品。

A5 阿替匹林 C 的检测方法

A5.1 试剂和材料

- a) 甲醇: 色谱纯;
- b) 乙醇: 分析纯;
- c) 乙酸: 分析纯;
- d) 阿替匹林 C 标准品: 纯度 ≥98.0%;
- e) 1% 乙酸溶液: 量取 10 mL 乙酸 (1.3), 用高纯水定容至 1 L;
- f) 标准贮备液: 准确称取阿替匹林 C 标准品 (1.4) 10 mg 用甲醇溶液 (1.1) 配成 1.0 mg/mL;
- g) 标准溶液,于 4℃ 冰箱保存;
- h) 标准工作液: 吸取适量 1.0 mg/mL 的标准贮备液 (1.6), 用甲醇溶液 (1.1)分别稀释成 0.05 mg/mL、 0.1 mg/mL、 0.2 mg/mL、 0.3 mg/mL、 0.4 mg/mL、 0.5 mg/mL 五个浓度, 现用现配; i)滤膜: 0.45 μm。

A5.2 仪器和设备

- a) 高效液相色谱仪: 配有紫外检测器;
- b) 粉碎机:
- c) 超声波清洗器。

A3.3 样品的取样及预处理

从被检样品的不同部位均匀取样 50 g、冷冻、粉碎、作为备检样品。

A5.4 试验方法

A5.4.1 试样品溶液的制备

准确称取 0.25 g (精确到 0.1 mg) 酒神菊属型蜂胶试样,用 85% 乙醇超声提取 15 min,料液比为 1:15,反复提取 3 次。合并滤液,用 85% 的乙醇定容至 50 mL ,取上清液 $0.45 \mu m$ 滤膜过滤,供液相色谱测定。

A5.4.2 色谱条件

色谱柱: Sepax HP-C₁₈, 柱长 150 mm, 内径 4.6 mm, 粒度 5 μm;

流动相流速: 1 mL/min;

梯度洗脱: 洗脱程序见附录 B;

检测波长: 310 mm;

柱温: 30 ℃:

进样量: 2 μ L。

A5.4.3 测定

取 5 μ L 样品溶液 (4.1) 和阿替匹林 C 标准工作液 (1.7) 分别进样分析。

A5. 4. 4 结果计算

试样中阿替匹林 C 含量(X)以毫克每克 (mg/g)表示,按式(1)计算:

式中:

Cs - 阿替匹林 C 标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升 (mg/mL);

V - 试样最终定容体积,单位为毫升(mL);

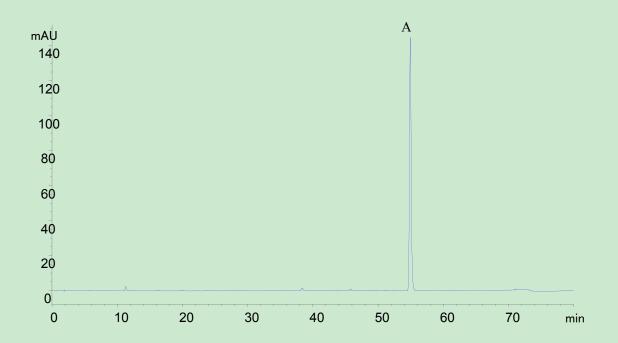
A - 试样溶液对应的峰面积;

m 一 样品质量,单位为克(g);

As - 阿替匹林 C 标准溶液对应的峰面积。

将符合重复性要求的两个独立测定值的算术平均值作为测定结果 (mg/g),保留两位有效数字。平行试验相对偏差不得超过 2.0%。

A6 阿替匹林 C (标准品) 色谱图



A6 阿替匹林 C (标准品)色谱图。
A: 阿替匹林 C
注: 标液浓度 0.3 mg/ mL

附录 B

(规范性附录)

高效液相色谱梯度洗脱条件

表 B1 高效液相色谱法梯度洗脱程序

时间(min)	流 速(mL/min)	甲 醇(%)	1%乙酸(%)
0	1	25	75
30	1	55	45
60	1	80	20
70	1	95	5
80	1	25	75

参考文献

[1] <保健食品检验与评价技术规范>中"保健食品中总黄酮的测定" (2003版 中华人民共和国卫生部)