



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

蜂王浆冻干粉

Lyophilized royal jelly powder
([点击此处添加与国际标准一致性程度的标识](#))

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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。

本文件代替 GB/T 21532-2008《蜂王浆冻干粉》，与 GB/T 21532-2008 相比，主要变化如下：

- a) 修改了等级划分。由原来的“一级品、二级品”修改为“特等品、优等品、合格品”。
- b) 增加了生产加工过程控制卫生要求。
- c) 在规范性附录A、附录B、附录C、附录D、附录E中，明确了水分、10-羟基-2-癸烯酸、灰分、酸度、总糖的检测方法，蛋白质修改为按GB 5009.5第一法执行。
- d) 修订了理化指标，蛋白质指标从 $\geq 33\%$ ，调整为36-45%；酸度指标从90-159 mL/100g，调整为86-140 mL/100g。
- e) 增加了产品避免阳光直射的要求。
- f) 增加了特等品中羟甲基糠醛的要求。
- g) 删除了淀粉的要求与检测方法。

本文件由全国蜂产品标准化技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件2008年首次发布，本次为第一次修订。

蜂王浆冻干粉

1 范围

本文件规定了蜂王浆冻干粉等级、要求、试验方法、包装、标签与标志、运输与贮存要求。
本文件适用于蜂王浆冻干粉的加工与销售。

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/T 191	包装储运图示标志
GB/T 601	化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB 4806.1	食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求
GB 5009.5	食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定
GB/T 6543	运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
GB/T 6682	分析实验室用水规格和试验方法
GB 7718	预包装食品标签通则
GB 9697	蜂王浆
GB 14881	食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
GB 28050	食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则
GB/T 45625	蜂王浆及蜂王浆冻干粉中羟甲基糠醛含量的测定 高效液相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

蜂王浆冻干粉 Lyophilized royal jelly powder
蜂皇浆冻干粉
通过真空冷冻干燥方法制成的脱水蜂王浆粉末。

4 要求

4.1 原料要求

蜂王浆：应符合GB 9697的规定

4.2 感官要求

感官要求见表1

表1 感官要求

项目	要求
色泽	乳白色或淡黄色
状态	粉末状，无肉眼可见黑点
气味	有蜂王浆香气，气味纯正，不得有发酵、发臭等异味
滋味	有明显的酸、涩、辛辣味，回味略甜

4.3 等级和理化要求

等级和理化要求见表2

表2 等级和理化要求

项目		要求		
		特级品	优等品	合格品
水分/（g/100g）	≤	3.0		5.0
10-羟基-2-癸烯酸/（g/100g）	≥	5.0		4.0
蛋白质/（g/100g）		36~45		
灰分/（g/100g）	≤	4.0		
酸度（1mol/LNaOH）/（mL/100g）		86~140		
总糖（以葡萄糖计）/（g/100g）	≤	45		
羟甲基糠醛，mg/kg	≤	1.5	/	

4.4 生产加工过程控制卫生要求

生产加工过程卫生要求按GB 14881规定执行。

5 试验方法

5.1 样品制备及保存

采用不锈钢或者食品级塑料为材质棒、管或勺作为取样器，将样品密封于食品级铝塑复合薄膜袋内，称样前充分搅拌混合。试样应及时检验，否则应将密封的试样置于冰箱（2~8℃）保存，检验前应置于干燥器中回至常温。

5.2 感官要求的测定

采用目测、鼻嗅、口尝方法进行。

5.3 理化指标

5.3.1 水分的测定

按附录A规定的方法测定。

5.3.2 10-羟基-2-癸烯酸的测定

按附录B规定的方法测定。

5.3.3 蛋白质的测定

按 GB 5009.5 第一法规定的方法测定。

5.3.4 灰分的测定

按附录 C 规定的方法测定。

5.3.5 酸度的测定

按附录D规定的方法测定。

5.3.6 总糖（以葡萄糖计）的测定

按附录 E 规定的方法测定。

5.3.7 羟甲基糠醛的测定

按 GB/T 45625 规定的方法测定。

6 包装

6.1 产品内包装材料应符合 GB 4860.1 及相应的食品安全国家标准或有关规定。包装要牢固、密封、防潮、避光、整洁，便于贮存和运输。

6.2 外包装用瓦楞纸箱，应符合 GB/T 6543 的规定。其他外包装应符合国家标准相关规定。

7 标签与标志

7.1 运输包装标志应符合 GB/T 191 的要求，宜标示怕晒、怕雨、怕湿和温度极限标志。

7.2 预包装食品标签应符合 GB 7718 的要求。

7.3 预包装食品营养标签应符合 GB 28050 的要求。

8 运输

8.1 运输工具应清洁卫生、干燥、无异味、无污染，严禁与有毒、有害、有异味、有污染的物品混装混运。

8.2 运输途中严防日晒、雨淋，装卸时应轻装轻卸。

9 贮存

9.1 产品应密封，避免阳光直射或者包装在避光良好的包装窗口内，贮存场所应保持干燥、通风，及良好的清洁卫生状态。

9.2 应按产品批次、等级、规格分别存放。

9.3 不得与有毒、有害、有异味的物品同处贮存。

附录 A (规范性)

水分的测定

A.1 原理

使用真空干燥方法测定样品中的水分，以减少挥发性物质的氧化和损失。该方法为重量法，结果计算为质量分数百分比。

A.2 仪器和设备

A.2.1 分析天平，感量 0.0001 g。

A.2.2 真空干燥箱。

A.2.3 带盖的称量盘，高度25 mm~30mm，直径35mm~50 mm。

A.3 操作步骤

称量应在相对湿度≤60%RH 环境进行，否则，应在 1 分钟内称定。

称取样品约 2.0 g，精确到 0.1 mg，放入干燥至恒重的称量盘中，均匀摊开，盖上盖子。放入真空干燥箱中，打开盖子置于称量盘边上，在 75℃和 0.000MPa 至 0.005MPa 之间的压力下干燥 4 小时，盖上盖子，取出称量盘，放入玻璃干燥器中，冷却 30 分钟后称重。重新干燥 2 小时，重复该过程，直到连续两次之间的重量差不超过 2mg，即为恒重。

A.4 计算

样品中的水分含量 W ，以质量百分比表示，由式（A.1）给出：

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \cdots \cdots (A.1)$$

式中：

W 样品中的水分含量，单位为g/100 g；

m_1 称量盘和样品的质量，单位为 g；

m_2 称量盘和干燥直至达到恒定重量的样品的质量，单位为g；

m_3 称量盘的质量，单位为g。

A.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

附录 B
(规范性)

10-HDA 的测定

B.1 原理

用HPLC-UV测定样品中10-HDA的含量，以对羟基苯甲酸甲酯为内标，内标法定量。

B.2 试剂与溶液配制

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- B.2.1 甲醇, CH_3OH , 紫外线纯度或分析纯度, 210 nm下的透光率高于30%。
- B.2.2 无水乙醇, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, AR, 在10-HDA和内标色谱峰处无干扰。
- B.2.3 内标物质, 对羟基苯甲酸甲酯, 纯度99.0%以上。
- B.2.4 10-HDA 标准物质, 纯度99.0%以上, 有标准物质证书。使用前用浓硫酸减压干燥24小时。
- B.2.5 磷酸, H_3PO_4 , 85%, 优级纯
- B.2.6 10-HDA 标准溶液: 室温下, 称取约25 mg干燥的10-HDA标准样品, 准确称定, 用无水乙醇溶解并将其转移到25 mL容量瓶中, 用无水乙醇稀释至刻度。10-HDA浓度为1 mg/mL。
- B.2.7 内标溶液: 室温下, 称取1000 mg干燥的对羟基苯甲酸甲酯, 准确称定, 用无水乙醇溶解并转移到1000 mL容量瓶中, 用无水乙醇稀释至刻度。内标溶液浓度为1 mg/mL。
- B.2.8 磷酸溶液: 吸取2 mL磷酸 (B.2.7), 加入1000 mL蒸馏水, 混匀即得。
- B.2.9 流动相: 甲醇 (B.2.1)+磷酸溶液 (B.2.8)=55+45, 体积比, 可根据色谱分离度情况作适当调整。

B.3 仪器和设备

- B.3.1 高效液相色谱仪: 带紫外检测器和数据处理软件。
- B.3.2 分析天平, 感量 0.0001 g。
- B.3.3 色谱柱: C_{18} 柱 4.6 mm×150 mm×5 μm , 或相当者。
- B.3.4 超声波清洗器
- B.3.5 台式离心机, 转速 4000 转/分。

B.4 操作步骤

B.4.1 样品处理

称取适量样品(相当于约 2.5 mg~25 mg 10-HDA), 精确到 0.1 mg, 置 50 mL 容量瓶中, 加磷酸溶液 (B.2.8) 2.5 mL, 加塞密封, 振荡容量瓶, 直至样品完全溶解, 样液中应无肉眼可见颗粒。小心打开容量瓶, 用无水乙醇 (B.2.2) 冲洗容量瓶塞上的样品溶液至容量瓶中, 精密加 10.0 mL 内标溶液 (B.2.7), 用无水乙醇稀释至刻度并混合均匀。置超声波浴中超声 15 min, 取出, 摇匀, 取约 10 mL 样液倒入 10 mL 离心管中, 以 4000 转/分钟离心 5 min, 取上清液试验。如果不立即检测, 请将其放入 2-8℃ 冰箱保存过夜。

B.4.2 工作标准溶液配制

吸取一定体积的10-HDA标准溶液（B. 2. 6）和内标溶液（B. 2. 7）到10 mL容量瓶中，并用无水乙醇（B. 2. 2）稀释至10 mL，制成系列浓度的工作标准溶液。见表B. 1。

表 B. 1 工作标准溶液的配制

10-HDA 浓度 mg/mL	移取 10-HDA 标准溶液 的体积 mL	移取内标溶液体积 mL	用无水乙醇定容的体积 mL
0. 05	0. 5	2. 0	10. 0
0. 1	1. 0	2. 0	10. 0
0. 2	2. 0	2. 0	10. 0
0. 3	3. 0	2. 0	10. 0
0. 4	4. 0	2. 0	10. 0
0. 5	5. 0	2. 0	10. 0

B. 4. 3 参考 HPLC 条件

检测波长：210 nm；

柱温：35 ℃；

流速：1 mL/min；

进样体积：3 μL；

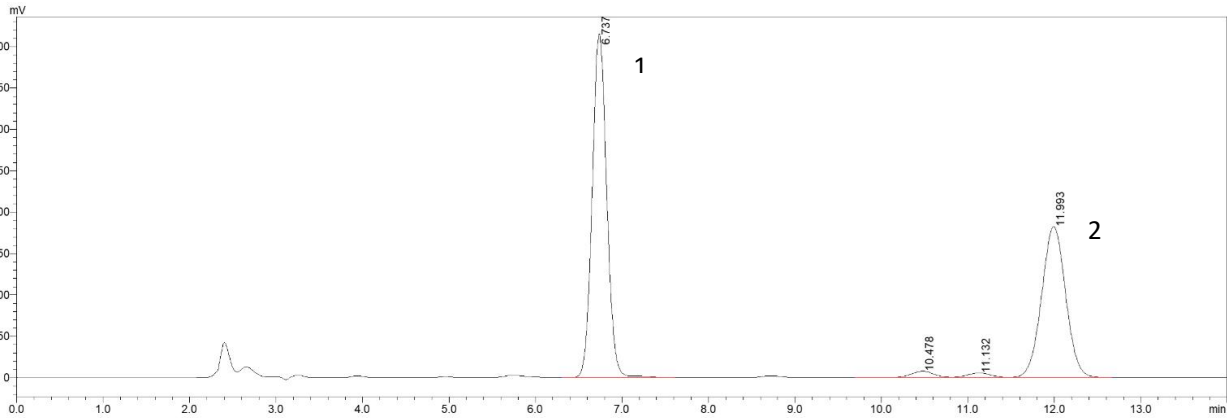
流动相：见 B. 2. 9；

色谱柱：见 B. 3. 3。

为确保液相系统正常，色谱柱在上述HPLC条件下至少运行20 min，确保基线平稳后，根据B. 4. 3中规定的液相条件注入3 μL甲醇（B. 2. 1）或者无水乙醇（B. 2. 2），甲醇或者无水乙醇的色谱图中，10-HDA 和内标色谱峰处应无干扰，方可进行进样操作。

在分析结束时，系统应用50%甲醇水溶液以1 mL/min的流量运行至少30分钟，将洗涤后的色谱柱储存在50%甲醇水溶液中。

典型的样品色谱图的示例如图B. 1所示。



标引序号说明：

- 1—— 内标物质，对羟基苯甲酸甲酯
- 2—— 10-HDA

图 B.1 典型的样品中 10-HDA 色谱图

B.4.4 校准曲线方程建立

根据 B.4.3 中规定的液相条件分别注入 3 μL 工作标准溶液 (B.4.2) 进行分析。以 10-HDA 峰面积与内标峰面积之比为纵坐标，以 10-HDA 浓度之比为横坐标绘制校准曲线，得到校准曲线方程。校准曲线应为线性，相关系数 $r \geq 0.99$ 。

B.4.5 样品测定

根据 B.4.3 中规定的液相条件注入 3 μL 样品溶液 (B.4.1) 进行分析。

B.5 计算

样品中的 10-HDA 含量， C_{10-HDA} ，以质量百分比表示，由式 (B.1) 给出：

$$C_{10-HDA} = \frac{A \times V}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- C_{10-HDA} 样品中的 10-HDA 含量，单位为 g/100 g；
- A 根据校准曲线方程计算得到的测试溶液中 10-HDA 的量，单位为 mg/mL；
- V 用于稀释样品的体积 (B.4.1)，单位为 mL；
- m 样品的质量，单位为 g。

B.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 2%。

附录 C (规范性)

灰分的测定

C.1 原理

灰分含量代表样品完全燃烧后剩余的不燃成分。高值可能表明材料可能因杂质的存在而掺假。

C.2 仪器和设备

C.2.1 分析天平，感量 0.0001 g。

C.2.2 马弗炉。

C.2.3 石英或铂金坩埚。

C.2.4 干燥器。

C.3 操作步骤

- 在马弗炉中将石英或铂金坩埚加热至 $550^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ ，灼烧30分钟，冷却至 200°C 左右，取出，在干燥器中冷却并称重 (w_1)。
- 在先前称量的干燥恒重的坩埚中称取1.5 g样品，精确到0.1 mg (w_2)。
- 将坩埚置于电炉或者电热板上，小心轻度加热样品勿使样品溢出坩埚，直至样品碳化至无烟。
- 将样品在 $700^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中灼烧3小时，直到获得白色，灰白色或乳白色灰烬。
- 装有灰化样品的坩埚在干燥器中冷却，并称重 (w_3)。
- 重复焚烧过程d) 30分钟，冷却并称重，直到达到恒定质量（两次连续称重之间最大差异为0.5 mg）(w_3)。

C.4 计算

样品中灰分的含量 A，以百分比表示，由式 (C.1) 给出：

$$A = \frac{w_3 - w_1}{w_2} \times 100 \quad \text{..... (C.1)}$$

式中：

A—— 样品中灰分的含量，单位为 g/100 g

w_1 —— 石英或铂金坩埚的质量，单位为 g；

w_2 —— 蜂王浆冻干粉样品质量，单位为 g；

w_3 —— 灰分和坩埚的质量，单位为 g。

C.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

附录 D
(规范性)

酸度的测定

D. 1. 原理

中和试样溶液至pH为8.30所消耗的0.1000 mol/L氢氧化钠体积,经计算确定其酸度。

D. 2. 试剂与溶液配制

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T6682 规定的三级水。

D.2.1 氢氧化钠标准溶液($c=0.1\text{ mol/L}$),有标准溶液证书。或者按 GB/T 601 配制并标定。

D. 3. 主要仪器

D.2.1 酸度计: pH 值精度至少为 0.02。

D.2.2 滴定管: 25 mL。

D.2.3 分析天平: 感量 0.000 1 g。

D. 4. 操作步骤

称取试样约 1.0 g,置于 250 mL 烧杯中,加入新煮沸并已冷却的水 75 mL,充分溶解,可适当超声促进溶解至无样品颗粒,用氢氧化钠标准溶液($c=0.1\text{ mol/L}$)滴定,至酸度计指示 pH 稳定在 8.30 ± 0.02 处 4 s~5 s 为终点。

D. 5. 计算

样品中酸度 (1 mol/L NaOH) AD,以 (mL/100 g) 表示,由式 (D.1) 给出:

$$AD = \frac{V \times C}{m} \times 100 \dots \dots \dots (D.1)$$

其中:

- AD—— 样品的酸度 (1 mol/L NaOH),以100g样品所消耗的0.1mol/L氢氧化钠毫升数计,单位为mL/100g;
 V —— 滴定时消耗的 0.1 mol/L NaOH 的体积,单位为 mL;
 C —— NaOH标准溶液浓度,单位为mol/L。
 m —— 样品的质量,单位为g。

D. 6. 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

附录 E (规范性)

总糖的测定

E. 1. 原理

试样除去蛋白质,经盐酸水解其中的双糖转化为还原糖,在加热条件下,以亚甲基蓝为指示剂,滴定已标定过的费林氏液,根据样液消耗的体积,计算总糖含量。

E. 2. 试剂和溶液

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为GB/T6682规定的三级水

E. 2.1 试剂

- E. 2.1.1 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 。
- E. 2.1.2 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 。
- E. 2.1.3 盐酸(HCl), $\omega=36\% \sim 38\%$ 。
- E. 2.1.4 氢氧化钠(NaOH)。
- E. 2.1.5 甲基红($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$):指示剂。
- E. 2.1.6 亚甲基蓝($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$):指示剂。
- E. 2.1.7 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。
- E. 2.1.8 酒石酸钾钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)。
- E. 2.1.9 冰乙酸(CH_3COOH)。
- E. 2.1.10 乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$):95%。

E. 2.2 溶液配制

- E. 2.2.1 乙酸锌溶液(1 mol/L):称取乙酸锌 21.9 g,加3 mL冰乙酸,溶于水并稀释至100 mL,混匀。
- E. 2.2.2 亚铁氰化钾溶液(0.25 mol/L):称取亚铁氰化钾10.6 g,溶于水并稀释至 100 mL,混匀。
- E. 2.2.3 盐酸溶液(50%,体积分数):量取盐酸 50 mL,缓慢加入 50 mL水中,冷却后混匀。
- E. 2.2.4 甲基红指示液(1 g/L):称取甲基红0.1 g,用 95%乙醇溶解并稀释至 100 mL,混匀。
- E. 2.2.5 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取氢氧化钠 20.0 g,加水溶解后,冷却,用水稀释至 100 mL,混匀。
- E. 2.2.6 碱性酒石酸铜甲液:称取硫酸铜15.0 g和亚甲基蓝0.05 g,溶于水并稀释至1000 mL,混匀。
- E. 2.2.7 碱性酒石酸铜乙液:称取酒石酸钾钠 50.0g和氢氧化钠 75.0g,溶于水中,再加入亚铁氰化钾4.0 g,完全溶解后,用水稀释至1000 mL,混匀,储存于橡胶塞玻璃瓶中。

E. 2.3 标准品

葡萄糖($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$, CAS号:50-99-7):纯度>99%,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质

E. 2.4 标准溶液配制

葡萄糖标准溶液(1.00 mg/mL):称取经过 $96^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥2h的葡萄糖1g(精确至0.0001 g),加水溶解后转移至1000 mL,的容量瓶中,加入5 mL盐酸,并用水定容至刻度。置于 $0^{\circ}\text{C} \sim 4^{\circ}\text{C}$ 密封保存。

E.3. 仪器和设备

E.3.1 分析天平:精度0.0001 g和0.01 g。

E.3.2 恒温水浴器:温度波动 $\pm 1^{\circ}\text{C}$

E.4. 操作步骤

E.4.1 样品处理

精密称取试样约1.5~4 g[相当于试样中含总糖(以葡萄糖计)0.5 g],置入100 mL容量瓶,加水50 mL,振摇直至试样溶解,然后缓缓加入乙酸锌溶液及亚铁氰化钾溶液各5 mL,加水至刻度,混匀,静置30min后用干燥滤纸过滤,弃去初滤液数毫升,滤液备用。

E.4.2 样品处理

精密吸取E.4.1滤液50 mL,置于100 mL容量瓶中,加入盐酸溶液10 mL,摇匀,置于恒温水浴器中,在 $68^{\circ}\text{C} \sim 70^{\circ}\text{C}$ 下水解10 min,流水冷却至室温,加甲基红指示液2滴,摇匀,用氢氧化钠溶液中和至溶液呈黄色,加水稀释至刻度,摇匀,作为试样溶液备用。

E.4.3 碱性酒石酸铜溶液的标定

精密吸取碱性酒石酸铜溶液甲液及碱性酒石酸铜溶液乙液各5.0 mL,置于150 mL锥形瓶中,加10 mL水,加入玻璃珠2粒~4粒,从滴定管中加入约9 mL葡萄糖标准液,置于电炉上,在2 min内加热至沸腾,沸腾后以每2秒一滴的速度继续滴加葡萄糖标准溶液,直至溶液蓝色刚好褪去为滴定终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的总体积,同时进行三次平行实验,取其平均值,计算每10 mL碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各5 mL)相当于葡萄糖的质量T(mg)。

E.4.4 试样溶液滴定

E.4.4.1 试样溶液预滴定

精密吸取碱性酒石酸铜溶液甲液及碱性酒石酸铜溶液乙液各5.0 mL,置于150 mL锥形瓶中,加水10 mL,加入玻璃珠2粒~4粒,置于电炉上,控制在2 min内加热至沸,以先快后慢的速度,从滴定管中滴加试样溶液,并一直保持溶液沸腾状态,待溶液颜色变浅时,以每2s一滴的速度滴定,直至蓝色刚好褪去为滴定终点,读取试样溶液消耗体积。

E.4.4.2 试样溶液滴定

精密吸取碱性酒石酸铜溶液甲液及碱性酒石酸铜溶液乙液各5.0 mL,置于150 mL锥形瓶中,加水10 mL,加入玻璃珠2粒~4粒,从滴定管中加入比预滴定少1 mL的试样溶液,置于电炉上,控制在2 min内加热至沸,在一直保持溶液沸腾的状态下,以每2秒一滴的速度滴定,直至蓝色刚好褪去为滴定终点,记录试样溶液消耗体积(V)。

E.5. 计算

样品中总糖（以葡萄糖计）TS的含量，以（g/100 g）表示，由式（E.1）给出：

$$TS = \frac{T}{m \times \frac{V}{100} \times \frac{50}{100} \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (E.1)$$

式中：

TS—— 样品总糖（以葡萄糖计）的含量，单位为g/100g；

T—— 每 10 mL 碱性酒石酸铜溶液（甲、乙液各 5 mL）相当于葡萄糖的质量 *T*，单位为 mg；

V—— 滴定时消耗试样溶液的体积，单位为mL。

m —— 样品的质量，单位为g。

E.6. 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。