# 《蜂王浆冻干粉》编制说明 (征求意见稿)

# 一、工作简况

#### 1.1.任务来源

国家标准化管理委员会于 2024 年 10 月 26 日发布了《国家标准化管理委员会关于下达 2024 年第八批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》(国标委发〔2024〕50 号),其中,《蜂王浆冻干粉》国家标准修订项目列入该计划(项目编号: 20243291-T-442)。本标准由全国蜂产品标准化技术委员会提出和归口,由浙江江山恒亮蜂产品有限公司、杭州碧于天保健品有限公司等单位牵头负责。

#### 1.2.制定背景

本文件为对 GB/T 21532-2008 蜂王浆冻干粉国家标准的修订。

蜂王浆冻干粉国家标准实施已经 17 年,标准应用广泛,为蜂王浆冻干粉的加工与销售提供依据,作出了十分重要的贡献。由于本标准制定年代久远,有些章节及其内容已经与现实情况不符合,如标准文件的格式要求,引用的标准、一些理化指标的要求以及相关检测方法方面,都需要进行修订,已符合现阶段蜂王浆冻干粉的加工、经营的需求,以保证本标准能够更好地得到执行与实施。修订时,同时考虑到了新技术的应用,对提升蜂王浆冻干粉的品质及促进蜂王浆、蜂王浆冻干粉的产业发展意义重大。

#### 1.3 起草过程

2024年10月本文件列入2024年第8批推荐性国家标准计划。随后,全国蜂产品标准化技术委员会公开征集参与本标准的起草单位,并组建了由蜂王浆生产、科研、教学、经营、检测机构等单位组成的起草工作组。

2025年3月1日:起草工作组召开第一次线上会议,制定了工作计划。

2025 年 3 月 25 日:起草工作组召开第二次线上讨论会,讨论了牵头起草单位编写的本文件文本和编制说明讨论稿,基本确定了本文件修订的内容,提出了一些修订建议。会上讨论了羟甲基糠醛(以下简称 HMF)指标加入本文件的必要性,认为本指标的加入对促进蜂王浆冻干粉高品质发展具有重大意义。会上还进行了分工安排。

2025年4月30日: 起草工作组组织了第三次线上会议,对文本草案进行了讨论修改,并提出验证样品取样的要求。

2025年5月15日:起草工作组组织第四次线上会议,并提出了取样方案。与会人员讨论了验证样品提供的相关要求。2025年6月10日:起草工作组召开第五次线上会议,讨论验证样品检测方法。

2025年8月8日,起草工作组召开第六次线上会议,分别安排有关单位对115个样品进行检测。

2025年9月20日,完成所有验证样品检测工作。

2025年10月15日,完成验证样品的数据整理工作。

2025年11月8日,对一些技术问题,向有关专家进行咨询,完成本标准的征求意见稿。

. . . . . . . .

# 二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据

#### 2.1 国家标准编制原则

本文件制定的原则是: ①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编写规则》的要求编写的。②体现本文件较为先进的技术水平,适应当前经济发展的需要,提高蜂王浆冻干粉行业在国内、国际市场上的竞争能力。③本文件的质量指标从实际出发,修订了原文件应用过程中不符合实情的内容,以适应当下食品品质保证的需要。④本文件规定的产品质量水平以行业的中等偏上水平为基准,重视产品的差异化,引导市场实现优质优价,从而体现本文件的先进性、科学性、合理性和可行性。

#### 2.2 本文件修订的主要内容及其确定依据

本标准主要从以下几方面进行修订:

- a) 引用标准,修改 GB/T 9697 为 GB 9697,增加了 GB 4806.1,GB 5009.5,GB 28050,GB 14881、GB/T 45625 等引用文件;
  - b) 修改产品等级划分,参照 GB 9697 将一级品、二级品,修改为特等品、优等品、合格品;
  - c) 与现行法律法规一致,增加生产加工过程控制卫生要求;
  - d) 修订了样品制备及保存方法,更加符合实际应用情况;
- e) 将水分、10-HDA、灰分、总糖、酸度的检测方法作为附录给出,修改了 GB 9697 中相应 检测方法不科学的部分。蛋白质修改为按 GB 5009.5 执行。本文件给出的检测方法同时能满足蜂王 浆产品质量指标检测的需要;
- f) 结合起草单位多年检测数据,修订了理化指标。蛋白质指标从≥33%,调整为 36~45%; 酸度指标从 90~159mL/100g,调整为 86~140 mL/100g;删除了淀粉的要求。以上修订指标,用验证样品进行了确认;
  - g) 增加了产品应避免阳光直射的要求和贮存场所应该有良好通风的要求;
- h) 增加了特等品中的蜂王浆冻干粉羟甲基糠醛(HMF)的要求。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》起草单位前期积累了一些数据,数据表明:各企业的蜂王浆冻干粉产品因为在加工工艺及原料控制上的区别,有的蜂王浆在原料贮存或加工过程中可能受热或者常温下存放过久,出现蜂王浆冻干粉产品中的 HMF 值较高的现象。统计了 3 年 HMF 的检测值在 316~4240 µ g/kg 之间。GB/T 45625 标准的起草小组曾经做过冻干试验,全程不超过 20 度时,冻干品中的 HMF 可以达到 60 µ g/kg 以下,这说明冻干工艺及原料对冻干粉中的 HMF 含量影响显著,可以作为一个与加工及贮存温度有关的质量控制指标。温度控制对产品新鲜度影响重大,进而影响产品的保健作用。因此,对作为特等品的产品中增加 HMF 的要求,以促进企业优化加工与原料控制能力,提升冻干粉的品质,形成市场产品品质的差异化,形成市场的良性竞争,促进市场繁荣,进一步促进冻干粉行业发展。本指标检测方法所需仪器为 HPLC,能检 10-HDA 的企业均能够以此作为内部质量控制的关键指标加以实施。

#### 2.2.1 范围

本文件的适用范围与2008版相同,确定为:

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。

#### 2.2.2 引用文件

现行蜂王浆国家标准代号为GB 9697, 故修改GB/T 9697为GB 9697。相应增加了GB 4806.1, GB 5009.5, GB 28050, GB 14881、GB/T 45625等需要引用的文件。

#### 2.2.3 要求

- 2.2.3.1 原料要求与 2008 版相同,确定为蜂王浆应符合 GB 9697 的规定。
- 2.2.3.2 感官要求与 2008 版相同, 见表 2。

表 2 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

#### 2.2.2.3等级和理化要求见表3

表3 等级和理化要求

	123	<b>可</b> 级 们		
~ 口			要求	
项目		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)	$\geqslant$		5. 0	4. 0
蛋白质/ (g/100g)			$36 \sim 45$	
灰分/ (g/100g)	€		4.0	
酸度(1mol/LNaOH)/(mL/100g)			86~140	
总糖(以葡萄糖计)/(g/100g)	$\leq$		45	
羟甲基糠醛, mg/kg	$\leq$	1.5		/

#### 本节修订了:

- 1) 等级划分。参照 GB 9697<sup>[1]</sup>将一级品、二级品,修改为特等品、优等品、合格品。
- **2) 理化指标修订。**根据多年实践数据,修订了理化指标。蛋白质指标从≥33%,调整为 36~45%; 酸度指标从 90~159mL/100g,调整为 86~140 mL/100g。

修订依据: 2008 版中,蛋白质、酸度、总糖指标均以 GB 9697 中相应指标乘以 3 得到。比如: 2008 版规定蛋白质 $\geq$ 33%,酸度 90 $\sim$ 159 mL/100g,总糖 $\leq$ 45 g/100g,其依据是 GB 9697 中的蛋白质要求 $\geq$ 11%,酸度 30 $\sim$ 53 mL/100g,总糖 $\leq$ 15 g/100g。事实上,实践的数据与此出入较大,原因主要是蜂王浆经过冻干脱水后理化指标数值提高并不是 3 倍关系。蜂王浆中的水分约为 63.5%,蜂王浆冻干粉的水分约为 2.0%,所以,这个折算系数应该为: (1-2.0%)/(1-63.5%)=2.68 左右。

如蛋白质:蜂王浆中蛋白质平均约为 14.7%,普遍在 14.2-15.8%。考虑到冻干加工工艺比较温和,蛋白质、酸类、糖类不会发生明显的变化,所以,蜂王浆冻干粉中的蛋白质大约为 2.68× 14.7%=39.4%,偏低的质量指标,往往会导致以次充好的情况发生。从实际出发,蜂王浆中蛋白质在 13.5-16.5%之间,折算为蜂王浆冻干粉中的蛋白质应在 36.2%~44.2%之间,这个范围与起草单位的日常质量监测数据是一致的。本次 91 个验证样品数据,蛋白质在 35.9~42.8%,基本落在理论折算的范围之内,且 10-HDA 为 4.0%规格的蛋白质含量要稍高于 10-HDA 为 6.0%规格的。所以,本文件将蛋白质指标修订为 36~45%之间。

再如酸度。GB 9697 蜂王浆规定酸度为  $30\sim53$  mL/100g,折算为蜂王浆冻干粉中的酸度应在 80.4 mL/ $100g\sim142$  mL/100g之间。由于 10-HDA 是主要的有机酸,酸度与 10-HDA 呈正相关。在实际检

测工作中,起草单位积累了大量检测数据,对 10-HDA≥1.4%的蜂王浆进行了统计,其酸度基本可以达到 30 mL/100g,但是,从来没有检测到酸度大于 45 mL/100g 的蜂王浆样品,由此推断,蜂王浆冻干粉的酸度应在 80.4 mL/100g~120.6 mL/100g 之间。考虑到市场需求,企业通常将蜂王浆制成10-HDA≥4.0%的蜂王浆冻干粉,这大概需要用 10-HDA≥1.49%的蜂王浆,此时的酸度至少在 32 mL/100g 以上,因此,进一步理论推断,10-HDA≥4.0%的蜂王浆冻干粉的酸度应在 85.8 mL/100g~120.6 mL/100g 之间,这个范围与起草单位的日常质量监测数据是一致的。本次 91 个验证样品数据,酸度在 88.31~123 mL/100g 之间,落在理论折算的范围之内。 结合考虑检测误差,本文件将酸度指标修订为 86~140 mL/100g 之间。与 2008 版相比,延长了低限,压缩了高限。一方面更加符合实际情况,另一方面,避免了因过高的酸度要求,而人为添加外来物质以提高酸度的可能性。

以上修订指标,用验证样品进行了确认是符合实际情况的,确保了蜂王浆冻干粉正常生产的品质需要。

#### 3) 理化指标 HMF 的增订。

随着人们生活水平的提高,人们对高品质产品需求的愿望日益增长。蜂王浆及蜂王浆冻干粉的质量标准是 2008 年提出的要求,与人们日益增长的高品质营养食品的需求是脱节的。一味追求高 10-HDA,而忽视产品的新鲜度,导致市场产品良莠不分,完全凭销售能力主导市场导向,整个蜂王浆冻干粉市场得不到创新与发展,不利于行业的进步。新鲜度好的产品因没有可靠的新鲜度指标来证明而得不到市场认可,急需新技术来支撑。

2025年4月,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》标准发布,HMF 作为食品加工与贮存中对温度特别敏感的指标,使蜂王浆及其冻干粉的与新鲜度相关的指标加以应用成为可能。高温容易导致蛋白质活性物质的变性,降低产品的保健功能,本标准根据 GB/T 45625 起草单位多年积累的数据,对作为特等品的产品中增加 HMF 的要求。可以促进企业优化加工与原料控制能力,提升冻干粉的品质,形成市场产品品质的差异化,形成市场的良性竞争,促进市场繁荣,进一步促进冻干粉行业发展。

本标准仅对蜂王浆冻干粉特等品规定了 HMF 的要求,是出于产品质量控制的延续性考虑。

起草单位对 24 个特等品验证样品进行了 HMF 的检测,范围在 275~2454μg/kg 之间,其中 HMF 值大于 1.5 mg/kg 的有 9 个样品,经过与提供单位确认,是由于他们的冻干工艺没有严格遵守规定的要求所导致。根据 GB/T 45625 起草单位多年积累的数据,蜂王浆中的 HMF 基本在 50 μg/kg 以下,实验室小试结果表明,全程冷链提供的蜂王浆,全程低于 20℃冻干,冻干品中的 HMF 达到 60 μ g/kg 以下。这些数据反映了冻干工艺的不同,显著影响产品中的 HMF 值。实际生产中,加工温度控制良好的,HMF 值可以达到 300 μg/kg 以下。只要致力于蜂王浆冻干粉冻干条件的控制和原料质量的正常把控,做到产品中 HMF 值小于 1.5 mg/kg 是完全可以做到的。本标准实施后,将带动蜂王浆冻干粉企业共同提升蜂王浆冻干粉整体品质。这对消费者是非常有利的,也符合国民大健康的理念。

基于生产加工企业的实际水平,及验证样品数据,起草小组确定特等品 HMF≤1.5 mg/kg。

#### 4) 淀粉指标的删除。

在上世纪 80 年代末至 90 年代,蜂王浆生产蓬勃兴起。主要用于产品出口,产品供不应求,原料收购价一度高达 220 元/kg,在利益的驱动下,不法商贩往蜂王浆中非法添加外来物,这些外来物主要以水、蜂蜜、淀粉为主。国外客户合同中,却规定了 10-HDA 的要求,外来物的加入,降低了10-HDA,而当时,生产企业基本上没有配备 HPLC,在收购蜂王浆原料时,全凭感官指标,没有经验的验收员,在验收时难以辨清这些外来物的加入,加工时,通过酸度来粗略判断产品质量,经常发生出口产品 10-HDA 达不到客户要求的情况,而遭到索赔。内销的产品品质更加无从保证。

故, GB 9697-1988 通过水分、总糖、淀粉定性来辅助鉴别蜂王浆的掺假。该标准的出台,非常有效地扼制了蜂王浆的掺假现象。在后续的 2002 年版、2008 年版的蜂王浆国家标准均沿用了淀粉定性指标。蜂王浆冻干粉国家标准则于 2008 年发布,参考了 GB 9697,也将淀粉定性指标列入了标准中,一直沿用至今。

如今,蜂王浆产量大幅提升,市场不再供不应求,蜂王浆的品质控制水平发生了翻天覆地的变化,高效液相色谱仪在蜂王浆生产企业中已经普及,通过 10-HDA 及其他安全指标来结算价格,外来物的加入会导致 10-HDA 的下降,从而降低了收购价格。例: 10-HDA 为 1.4%的蜂王浆掺入 10%的淀粉,10-HDA 则下降至 1.27%,价格至少相差 10 元/kg,明显是得不偿失之举,没有人愿意这样做。这也解释了为什么现在蜂王浆及冻干粉中从未检测到淀粉阳性的情况。从 91 个验证样品的结果看,未发现淀粉阳性的样本。因此,本标准修订时,删除了淀粉指标。

正是因为上述原因,人们已经不可能再加入外来添加物,包括水和蜂蜜,上世纪 90 年代,蜂王 浆中的水分基本在 66%,少量超 70%,蛋白质含量基本在 12.5-13.5%之间,而现在蜂王浆中的水分 越来越低,平均也就 63.5%,蜂王浆中蛋白质的含量则在 13.5%以上,平均值约为 14.7%。这些指标 也可以有效地鉴别是否掺入外来物。

#### 2.4 其他要求

- 2.4.1 蜂王浆冻干粉可以作为普通食品和保健食品,作为适用于市场销售产品的国家标准,增加了产品生产过程控制的要求,应满足 GB 14881 的要求。
  - 2.4.2 删除 2008 版中的安全要求。

#### 2.5 试验方法

#### 2.5.1 样品制备及保存

采用不锈钢或者食品级塑料为材质捧、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。试样宜及时检验,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。

#### 2.5.2 检测方法

2008版中的检测方法均引用GB 9697的方法。蜂王浆与蜂王浆冻干粉的状态有本质不同,完全引用GB 9697缺少严谨性、科学性。这也是检测机构、生产企业的共识。经过与GB 9697蜂王浆国家标准起草人讨论,认为宜在本标准修订时,以附录的形式列出所有需要修改的检测方法。同时,

由于检测方法的原理在本质上是相同的,希望能够通过比较合理的操作方法和描述,也能够为后续蜂王浆国家标准修订时引用本标准的检测方法。起草小组认为,蜂王浆比蜂王浆冻干粉更易溶解,这个建议是可行的。现在分述如下:

#### 2.5.2.1 水分的测定

蜂王浆冻干粉容易吸潮,规定了称量环境,要求相对湿度小于60%RH,为了满足所有实验的需求,如果环境湿度不能达到60%RH以下时,要求在1分钟内称定,以避免称量过程中时间过久而吸水,进而影响样品测定的精密度和正确度。

2008版标准中引用GB 9697的方法,称量是0.5 g,水分以2%计,则所称样品中的水的质量为0.01 g,这会带来极大的称量误差,容易引起商业纠纷。称量在2.0 g时,所称样品中的水的质量可以达到0.04 g,实验误差大幅减少。这个称量与GB 5009.3-2016<sup>[2]</sup>第二法减压干燥法一致,通过验证表明,精密度也可以达到GB 5009.3-2016第二法规定的要求。

干燥条件: 75°C和0.000MPa至0.005MPa之间的压力下干燥4小时,与GB 9697一致。虽然,GB 5009.3-2016第二法规定的减压干燥条件是60°C±5°C,0.040至0.053 MPa之间的压力下干燥4小时,但是,国外的检测方法中的干燥条件却与GB 9697一致,多年实践表明,这个条件是可行的。因此,本标准修订没有引用GB 5009.3-2016第二法。

上述条件下,蜂王浆中的水分也可以称取2g测定,本检测方法列入附录A。

#### 2.5.2.2 10-HDA 的测定

蜂王浆中的10-HDA测定有2个标准方法,一个是GB 9697,一个是SN/T 0854。结合实践,主要作如下修改:

- 1——称量。统一修改为: 称取适量样品(相当于约2.5 mg~25 mg10-HDA),精确到0.1 mg。 只要试样液中的10-HDA在线性范围内,均是合理的称量,可以方便蜂王浆及其制品的应用。
- 2——样品处理。蜂王浆冻干粉很难分散,在SN/T 0854中,事先称在烧杯中,搅匀后再转移到容量瓶中,容易引起损失,带来较大的误差。GB 9697中,则是旋涡混合使样品溶解,很可能因为冻干粉结团,溶解不充分或者溶解时间过长。修订小组在实践中发现过此类问题,包括外部实验室和国外客户,并协助他们解决问题。在SN/T 0854中,使用6 mL乙醇和2 mL盐酸溶液溶解样品,容易使蛋白质变性结块,从而影响10-HDA的溶出,需要用玻璃搅拌反复搅拌和后续的超声才能解决问题。10-HDA在水溶液中的溶解度可以达到0.25%,用纯水相完全可以溶解10-HDA。通过容量瓶加塞密封后振荡样液,样品可以很快得到溶解,只要小心打开容量瓶,对瓶塞进行冲洗,即可保证10-HDA无损失。
- 3——流动相的改进。目前方法均使用了HC1,HC1为易制毒化学品,国家管理严格,对于小型实验来说购买非常不便,参考IS012824蜂王浆规范检测方法,改用易得的磷酸溶液作为流动相,分离度良好。同时,考虑到不同实验室的情况不同,给出了通用的流动相组成,可根据色谱分离度情况作适当调整。

4——液相系统正常运行要求。基线平稳后注入甲醇或者无水乙醇,得到的色谱图在10-HDA和内标色谱峰处应无干扰,方可进行进样操作。色谱柱采用50%甲醇,冲洗30min即可。该描述可以帮助检测人员消除系统误差,获得更加准确的结果。

5——计算方法。现行2个方法采用校正因子计算结果,6个标准浓度有6个校正因子,未给出精密度要求,也未给出校正因子的计算方法,给标准的应用带来难度,曾有企业检测人员请教本标准修订人关于校正因子的计算方法。因此,改为回归方程定量的方法,要求回归方程相关系数大于0.99,满足定量要求。

本检测方法列入附录B。

#### 2.5.2.3 灰分的测定

GB 9697中灰分的测定条件是用样品炭化时采用硫酸湿润,灰化温度为700℃~800℃,与中国药典[³]0841炽灼残渣检查法一致,而与GB 5009. 4[⁴]食品中灰分的检测方法不同。因此,严格来说,GB 9697的方法检测的是炽灼残渣,而不能称之为灰分。加入硫酸的作用除了加速炭化,还有就是将相对容易挥发的无机氯化物、钠盐、钾盐和铅盐等转化为难以挥发的硫酸盐,确保产品中无机物质被充分检测到,主要用于药物纯度的检测。2025年版0841炽灼残渣检查法规定,如果灰化物要进行重金属检测,灰化温度则需要控制在500℃~600℃。

食品通常检测的是灰分而非炽灼残渣,蜂王浆富含蛋白质、糖类,没有淀粉,因此,按照GB 5009.4第一法检测,样品可以做到完全灰化。硫酸属于易制毒化学品,国家管理严格,对于小型实验来说购买非常不便。因此,修订小组改良了GB 9697中的方法,去掉硫酸,灰化条件为700℃~800℃3小时。对3批次样品进行比对试验,结果如下:

编号	修订方法	GB 9697 方法	$\overline{X}$	SD	RSD
1-41	2. 76	2.8	2. 78	0.028	1.02
7-51	2.6	2.9	2.75	0. 212	7. 71
5-61	2.7	2.9	2.8	0. 141	5. 05

表4 灰分比对试验数据

从表 4 可知,两种方法实验室间的 RSD=1.02~7.71%之间。差异并不显著。

本检测方法列入附录 C。

#### 2.5.2.4 酸度的测定

我国有 GB 5009.  $239^{[5]}$ 食品安全国家标准 食品酸度的测定的检测方法,通过试验,发现由于称量为 4 g,干粉样品在水中很难溶解,需要耗费大量的时间,不适用于蜂王浆冻干粉中酸度的测定,且滴定时,需要向样液中吹氮气,方法比较烦琐。因此,修订小组仍然采用 GB 9697 中的方法,通过试验进行了适当优化: 称取 1g 样品,加水,借助超声溶解。终点参考了 GB 5009. 239 的描述,由 pH=8. 30,改为 pH 稳定在 8.  $30\pm0$ . 02 处 4 s~5 s 为终点。

修订小组出于检测方法简单化考虑,请南京老山药业检测中心进行了酚酞法与 pH 计法的比对试验,结果见下图 1:

#### 蜂王浆冻干粉样品验证 检验结果报告单

2025.09.12 报告单号.: 0005369 报告日期: 样品接受日期: 2025年08月12日 样品规格: 见结果栏 样品名称: 蜂王浆冻干粉 样品编号 提供样品单位 蜂王浆冻干粉国家标准修订工作组 检测方法 标准草案 样品状态 完整 检测单位 南京老山药业股份有限公司

编号	蛋白质%	酸度(pH法)ml/100g	酸度(酚酞法) ml/100g	<u>灰分%</u>	10-HDA%
1-61	38. 3	107. 7	106. 5	2. 63	5. 975
1-62	38. 8	108. 7	106. 5	2.68	5. 905
1-63	35. 9	107. 1	109. 1	2. 72	6.007
1-64	38. 2	108. 0	110.0	2.66	5. 992
2-61	39. 1	113. 4	129. 3	2. 73	6. 020
2-62	39. 0	114. 3	114. 7	2. 88	6.015
2-63	39. 0	112. 0	125. 4	2.90	6. 026
2-64	39. 0	114. 0	115. 0	2. 88	6. 025
4-61	39. 2	107. 5	114. 7	2. 95	5. 758
4-62	39. 5	105. 2	108. 4	2.97	5. 321
5-61	38. 5	109. 6	113. 4	2.70	5. 821
5-62	39. 4	109. 5	112. 0	2.69	5. 841
5-63	39. 4	110.6	111.3	2. 68	5. 920
5-64	38. 5	108. 5	115.0	2.66	6.004
6-61	36. 3	110. 4	117. 7	2.65	6. 134
6-62	36. 5	109. 7	116.6	2.81	6. 109
6-63	38. 6	111.0	114.3	2.74	6. 182
6-64	37. 9	110.0	117. 2	2.84	6. 207
7-61	36. 2	124. 0	130. 0	2.74	8. 167
7-62	37.0	121. 2	127. 7	2.80	6. 612
7-63	36. 7	118.3	125. 4	2.86	6. 200
7-64	36.6	118. 1	130. 6	2. 75	6. 143
8-61	40. 5	107. 0	112.9	2.85	5. 685
8-62	39. 3	113. 9	120. 5	2.72	5. 786
8-63	39. 9	113. 0	115.0	2.80	6. 106
8-64	37.0	114. 2	114.5	2. 70	6.066
9-61	37.5	113. 4	115.7	2. 28	6. 344
9-62	37. 5	112. 7	114.0	2,79.	1 1460396
9-63	38. 5	107. 3	109.6	8.20	6.289
9-64	39. 5	113. 7	114.3	2186	6, 363
检验人: 休正弟	,妆晓	审核: 众公	批准:关	加盖林	报告专用草

图 1 酚酞法与 pH 计法的比对试验结果

从图 1 看,两者之间的绝对差值在 0.3 mL/100 g $\sim$ 15.9 mL/100 g之间。其中 2-61 号样品,两种方法比较,RSD=9.3%。基于 2008 版应用已经 17 年,维持 pH 计法。本检测方法列入附录 D。

#### 2.5.2.5 总糖的测定

蜂王浆冻干粉总糖指的是样品经过盐酸水解,将双糖水解为单糖后,测得的总还原糖含量。国家标准 GB 5009.7<sup>[6]</sup>和 GB 5009.8<sup>[7]</sup>测定的是还原糖和蔗糖,没有关于本标准总糖概念的计算方法。GB 5009.8 第三法与本法非常接近,但是,称样量为 2.5 g~5 g,加入 50 mL 水非常难以溶解,加入了蛋白质沉淀剂后搅拌,即使 1 个小时也无法完全溶解,而用 GB 9697 方法,将称量改为 1.5 g,在容量瓶中振荡,则很快就可以溶解。因此,对 GB 9697 方法进行优化。为了便于蜂王浆及其制品的引用,将称量描述修改为: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]。GB 9697 方法中没有预滴定,为了获得良好精密度,加入了预滴定的操作。另外出于本方法操作的

难度大,相比其他滴定法,误差更大,参考 GB 5009.8 第三法,规定: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%。本检测方法列入附录 E。

#### 2.5.2.6 蛋白质的测定

引用 GB 5009. 5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定的第一法, 凯氏定氮法。原理与 GB 9697 中的方法是一样的, 这是一个经典方法, 故直接加以引用。

#### 2.5.2.HMF 的测定

引用 GB/T 45625 的方法。

上述检测方法,与 2008 版相比,更加符合产品本身的属性,根据实际情况,在不改变方法原理的基础上,对操作步骤进行了优化,增加了标准的实用性、可行性。

#### 2.6 包装

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。

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。

删除 2008 版中关于包装防潮等级、防护用内包装材料、干燥剂及气密性能的要求。蜂王浆冻干粉各生产企业包装方式不同,只要能够做到牢固、密封、防潮、避光、整洁就可以,不再作硬性规定,提升了标准应用的灵活性。

#### 2.7 标签与标志

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。

预包装食品标签应符合 GB 7718 的要求。

预包装食品营养标签应符合 GB 28050 的要求。

删除 2008 版中对于储存温湿度的要求,只要包装密封性好,蜂王浆冻干粉是可以在常温下运输和储存的。同时删除关于干燥剂的警示语,可以参考食品、保健食品相关法律法规规定。增加了GB 28050 的相关营养标签的要求,蜂王浆作为普通预包装食品时,必须执行的强制性要求。

#### 2.8 运输

与 2008 版相同。

#### 2.9 贮存

产品应密封,避免阳光直射,贮存场所应保持干燥、通风,及良好的清洁卫生状态。

应按产品批次、等级、规格分别存放。

不得与有毒、有害、有异味的物品同处贮存。

删除 2008 版中对于储存温度≤20℃的要求,主要原因是蜂王浆冻干粉在密封性好,并避光良好,是可以在常温条件下保存的。

三、试验验证的分析、综述报告,技术经济论证,预期的经济效益、社会

# 效益和生态效益

# 3.1 试验验证的分析、综述报告

#### 3.1.1 试验验证的分析

蜂王浆冻干粉早在上世纪 90 年代就已经开始在我国生产,生产企业、检测机构在产品质量控制中,获得了非常丰富的品质控制的经验。为了确保 GB/T 21532 的顺利实施,提升蜂王浆冻干粉的品质,本次修订主要对一些质量指标及检测方法进行了修订。为了验证指标确定和检测方法修订的可靠性,我们于 2025 年 8 月收集了 115 个样品,在 9 月 20 日完成了检测工作。

根据产品规格,选择了特等品、优等品、合格品生产企业提供4个批次,参与样品提供的生产企业蜂王浆冻干粉的产量达到全年总产量的80%以上。

试验验证在外部实验室和起草组内部实验室组成,每个规格取一取进行全项比对。

具体验证数据如下表 5、表 6、表 7 和图 2:

#### 3.1.1.1 10-HDA 的分析

从表 5,表 6,表 7 可知,每个规格 1 批均有 5 家企业参与,其中 3 家为有 CMA 资质的实验室,其 RSD=2.01-2.75%之间,实验室间方法精密度良好。合格品样品检测 10-HDA 在 3.6%~4.22%之间,优等品样品检测 10-HDA 在 4.11%~6.23%之间和 5.32%~8.12%之间,个别企业的指标没有控制好。但是,这不影响本标准关于 10-HDA 的指标确定,10-HDA 指标是根据蜂王浆原料的实际情况与市场需求而制定,也得到了起草单位的一致认同。其中 4-62 样品,3 个实验室的检测结果差异较大,RSD达到了 5.93%,原因是其中一个结果出现异常,另外,8-42 样品的 RSD 达到了 5.37%,及 5-51 样品RSD 达到了 8.87%也出现了异常,共 3 批次的结果有异常,已经请相关企业查找原因。总体结果精密度正常占总样品数的 96.7%。

#### 3.1.1.2 酸度的分析

从表 5, 表 6, 表 7 可知,每个规格 1 批均有 5 家企业参与,其中 3 家为有 CMA 资质的实验室,其 RSD=1.62-3.55%之间,实验室间方法精密度良好。本标准酸度不分规格,主要原因是酸度是一个定性(酸性)的指标,不涉及具体成分,不同批次的蜂王浆酸度大小并无确切的规律,从整体看,与 10-HDA 含量高低呈正相关。91 批次酸度在  $88.31\sim123$  mL/100g 之间,全部符合本标准规定的要求。其中,2-44 样品的 RSD=5.29%,1-52 样品的 RSD=5.49%,1-53 样品的 RSD=7.15%,1-54 样品的 RSD=8.54%,2-52 样品的 RSD=6.73%,5-51 样品的 RSD=6.73%,5-52 样品的 RSD=8.86%,8-53 样品的 RSD=11.3%,9-53 样品的 RSD=10.1%,共 9 个样品结果有异常,RSD 值偏高。异常数据主要集中在 10-HDA 为 5.0%规格的样品,可以认定与检测单位的熟练程度不够所导致。总体结果精密度正常占总样品数的 90.1%。

#### 3.1.1.3 灰分的分析

从表 5,表 6,表 7 可知,每个规格 1 批均有 5 家企业参与,其中 3 家为有 CMA 资质的实验室,其 RSD=1.51-4.54%之间,实验室间方法精密度良好。91 批次灰分在  $2.4\sim3.2$  g/100g 之间,全部符合

本标准规定的要求。每批次灰分只安排 1 家起草单位的实验室检测,原因是为了加快检测速度,操作相对简单,偶然误差较小。

#### 3.1.1.4 蛋白质的分析

从表 5,表 6,表 7 可知,每个规格 1 批均有 5 家企业参与,其中 3 家为有 CMA 资质的实验室,其 RSD=3.66-4.26%之间,实验室间方法精密度良好。91 批次蛋白质在 35.9~42.8 g/100g 之间,其中 1-63 共有 3 家实验室参与,平均值也达到 37.1 g/100g,全部符合本标准规定的要求。蛋白质分析中,定氮仪的操作比较关键,是误差产生的主要原因。GB 9697 中附录 A 列出的常规的蒸馏装置,容易出现蒸汽不稳定的现象,从而污染样液。操作得当还是可以获得较好的精密度的,7-64 样品的RSD=5.41%,其他均小于 5%。总体结果精密度正常占总样品数的 98.9%。

#### 3.1.1.5 总糖的分析

从表 5,表 6,表 7 可知,每个规格 1 批均有 5 家企业参与,其中 3 家为有 CMA 资质的实验室,其 RSD=1.03-4.61%之间,实验室间方法精密度良好。91 批次总糖在 32.1~41.6g/100g 之间,全部符合本标准规定的要求。总糖需要有较高的理化实验水平,熟练程度高的实验员才能取得较好的精密度。10-HDA 为 6.0%规格的样品的精密度显著好于 10-HDA 为 4.0%规格的样品的精密度,就是很好的佐证。

#### 3.1.1.6 水分的分析

从表 5,表 6,表 7 可知,每个规格 1 批均有 5 家企业参与,其中 3 家为有 CMA 资质的实验室,其 RSD=13.1-19.28%之间,实验室间方法精密度欠佳,推其原因:一是蜂王浆冻干粉中水分含量较低,称量 2.0 g 时,样品中的水分也仅 40 mg,因此,方法本身的精密度不像仪器分析那么高。二是提供的个别样品包装存在密封性较差的问题。91 批次水分在 1.16~3.1 g/100g 之间,全部符合本标准规定优等品以上的要求。

#### 3.1.1.7 HMF 的分析

从图 2 可知,24 批次 HMF 在  $0.3\sim2.5$  mg/kg 之间,9 个不符合本标准规定特等品的要求,合格率为 62.5%。由于 GB/T 45625-2025 刚于 2025 年 4 月发布,参与验证工作的实验室基本未进行方法确认,桐庐县检验检测中心全程参与了 GB/T 45625-2025 标准的研发与起草工作,因此,交由该中心检测,方法回收率  $78.6\%\sim86.2\%$ ,精密度  $1.22\%\sim4.23\%$ 。数据表明,企业完全有能力生产 HMF  $\leq$  1.5 mg/kg 的特等品级的产品。

# 表 5 10-HDA≥4.0%合格品验证数据汇总

1	1-41 1-42	百花 3.8		<b></b> 丰白 向					自文/	度(90−1	159)				灰分(	≤4.0%	5)			蛋白质	(≥33	3%)				总糖					7	水分			淀粉
1	_	3.8		余至向	天嘉	绿城	RSD	百花	天厨	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	宝生园	秦皇岛	天嘉!	绿城	RSD	天厨	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	天厨	百花	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	宝生园	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	宝生园
1	1-42		3.97	4.0	4.05	4.08	2.75	89.7	91.19	88. 02	90.1	91.8	1.62	2.76	2.8	2.7	2.74	1.51	39. 53	40.3	37	39.5	3.68	40.07	40.65	39. 0	36.0	38.8	4.61	1.60	2.3	2.6	2.3	19. 28	未检出
		3.9	3.97				1.26	92.42	91.59	9			0.64	2.75	0				39.71					41.47	39. 43				3. 57	1.62					未检出
	1-43	3.9	3.96				1.08	90.71	90. 93				0.17	2.76					39.84					41.36	38. 55				4. 97	1.63					未检出
1	1-44	3.9	3.97				1.26	90.86	90.88				0.02	2.76					39. 79					42.27	39.72				4.4	1.64					未检出
2	2-41	4.0	4. 12				2.09	96.07	95. 57				0.37	2.84					40.73				17.	39. 4	32. 12				14.4	1.86					未检出
2	2-42	4.1	4. 15				0.86	96.03	96. 82				0.58	2.82					40.61					39. 43	32.68				13. 2	2.06					未检出
2	2-43	4.0	4. 15				2.6	90.71	97.02				4.75	2.94					40.68					38. 9	38.72				0.33	2.04					未检出
2	2-44	4. 1	4. 15				0.86	90.13	97.13				5. 29	2.96					40.66					38. 26	34. 15				8.03	1.98					未检出
3	3-41	4.0	4.17				2.94	89. 27	95. 72				4.93	2.88					40. 27					38. 01	38. 22				0.39	1.26					未检出
3	3-42	4.0	4.14				2.43	89. 99	95. 16				3.95	2.85					40.57					38. 91	37. 28				3. 03	1.16					未检出
3	3-43	4.0	4.02				0.35	91.81	94. 61				2.12	2.96					40. 24					37.85	38. 04				0.35	1.16					未检出
3	3-44	4.0	4.23				3.95	89.81	94.01				3. 23	2.95					40.66					38.82	36. 36				4.63	1.23					未检出
5	5-41	3.7	3. 79				1.7	96.18	94. 15				1.51	2.9					40.45					38. 9	40.76				3.3	1.68					未检出
5	5-42	3.6	3.72				2.32	90.4	93.6				2.46	2.96					40.18					39.75	41.1				2.36	1.74					未检出
5	5-43	3.6	3.72				2.32	89.83	93.8				3.06	2.91					40.42					39.66	37. 94				3. 13	1.74					未检出
冻干粉 5	5-44	3.8	3.87				1. 29	92. 56	94. 51				1.47	3.08					40. 35					39. 48	40. 15				1. 19	1.74					未检出
你干粉 6	6-41	4.1	4.20				1.7	92. 59	93. 55				0.73	2.97					39. 24					39.66	41.13				2.57	1.48					未检出
6	6-42	4.1	4.22				2.04	91.44	94. 95				2.66	2.92					39. 22					39.57	35. 12				8. 43	1.49					未检出
6	6-43	4. 1	4.20				1.7	88. 31	93. 7				4. 19	2.82					39. 10					40.07	41.81				3. 01	1.41					未检出
6	6-44	4.1	4.21				1.87	88.65	94.05				4. 18	2. 92					39. 24					39.89	35. 73				7.78	1.36					未检出
7	7-41	3.9	4.02				2.14	93. 21	97.03				2.84	2.99					41.19					37. 56	41.56				7. 15	1.56					未检出
7	7-42	4.0	4.08				1.4	94. 43	97.43				2.21	3.02					42.11					38. 69	33.8				9. 54	1.28					未检出
7	7-43	4.0	4.06				1.05	95. 37	97. 18				1.33	3.12					42.08					38. 6	37. 86				1.37	1.30					未检出
7	7-44	4.1	4. 23				2.21	100.54	99.04				1.06	3.07	9				41.91					37.48	36.88				1. 14	1.34					未检出
8	8-41	4.0	4.08				1.4	101, 91	98. 18	- 1			2.64	3	- 4				40, 45					39, 61	39.86				0.44	1.62					未检出
8	8-42	3.8	4. 10				5. 37	97.68	97. 88				0.14	2.94					40, 40					38, 73	40.97				3. 97	1.74					未检出
	8-43	3. 9	4. 14				4. 22	98. 4	97. 68				0. 52	3, 04					40, 40					38, 39	33. 78				9. 03	1.60					未检出
	8-44	3. 9	4. 08				3. 19	99	94, 41			_	3, 36	3, 08	2			$\neg$	40, 02			10 2		38, 51	38, 58			-	0. 13	1, 68					未检出
I —	9-41	4.0	4. 15					100, 29		-			4. 96	3.04			$\neg$	$\neg$	39, 05					38, 69	33.66				9. 83	1, 60					未检出
_	9-42	4. 0	4. 14				2, 43	89. 39	93. 35				3. 06	3. 07			$\neg$	$\neg$	38, 91			0 0		40, 26	40. 16				0. 18	1, 74					未检出
I	9-43	4. 0	4. 15				2.6	90.06	92. 95				2. 23	2. 9				$\neg$	38. 96					39. 7	41.53			_	3. 19	1.50					未检出
	9-44	4. 0	4. 16					91. 02	92.75				1. 33	2. 92			$\neg$	$\neg$	39. 20				2	39. 84	39. 07				1. 38	1.67					未检出

# 表 6 10-HDA≥5.0%合格品验证数据汇总

名称	批号			基-2-癸烯 ≥5.0%)	酸				西	度(90-	159)	2 20			灰分	(≤4.0	%)				蛋白质	(≥33%)	50	77			总糖(≤48	5%)			7]	(分 (≤3.09	6)	20	淀粉
		蜜蜂堂	和蜂园	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	蜜蜂堂	和蜂园	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	蜜蜂堂	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	蜜蜂堂	桐庐检验	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	秦皇岛	和蜂园	天嘉	緑城	RSD	桐庐检验	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	
	1-51	5. 12	5.07				0.69	101	103.7				. 87	2.7					37.7	39.4				3.12		36.46				2.27					未检出
	1-52	4. 93	4.95				0.29	94	101.6			100	. 49	2.6					37.5	38, 9				2.59		35.45				1			Ĭ.		未检出
	1-53	5. 07	4.94				1.84	93	102.9				. 15	3.2					37.2	39.8				4.78		39.16				1					未检出
	1-54	4. 91	4.92				0.14	91	102.7			8	8. 54	2.8					37.6	38.7				2.04		34.43				1					未检出
	2-51	5. 09	5.11				0.28	97	103.1			4	. 31	2.7					37.8	39				2. 21		37.1				1.94					未检出
	2-52	5. 2	5.00				2.77	94	103.5				i. 80	2.7					37.1	38.4				2.44		36.35				1	į.		Ú.		未检出
	2-53	5. 45	5. 10				4.69	104	103.1			. (	. 61	2.8				,	38.3	39				1.28	. 8	37.04				1.58					未检出
	2-54	5. 16	5.14				0.27	103	102.9			(	0.07	2.8					38.1	38.5				0.74		37.77				1.46					未检出
	4-51	6. 23	6.15				0.91	102	103.2			(	. 83	2.6			j		36.9	39.1				4.09		39.1				2.61					未检出
	5-51	4.71	5. 34				8.87	110	100				. 73	2.6					37.2	38.3				2.06		37				1					未检出
	5-52	4. 91	5. 13				3.10	117	103.2			8	8. 86	2.5					38	37.1				1.69		40.48				2					未检出
	5-53	4. 58	4.85				4.05	102	101.2			(	. 56	2.6					37.9	37.8				0.19		39.4				1.67					未检出
	5-54	4. 70	4.88				2.66	102	101.9				0.07	2.5					38.3	38.1				0.37		39.4				1	j.				未检出
	6-51	4. 20	4.38				2.97	103	98				. 52	2.5					37.8	38. 1				0.56		38.14		-		1.74					未检出
冻干粉	6-52	4. 20	4.34				2.32	100	96.7			1	2. 37	2.6					37.4	37.4				0.00		37.48				1.57					未检出
	6-53	5. 39	5. 56				2.20	108	105.5				. 66	2.8					37.7	38.9				2.22		36.26				1.98	į.				未检出
	6-54	4. 19	4.35				2.65	98	96.8			0.5	. 87	2.4					37.9	37.7				0.37		36.77				1.79					未检出
	7-51	5. 07	5. 31	5.3	5. 32	5. 29	2.01	108	106.2	98.36	103	105	3.55	2.6	2.9	2.8	2.74	4.54	37.7	37.9	41.1	37.4	40.1	4.26	36	35.45	36.3	35.7	1.03	1.68	2.35	1.8	2	14. 97	未检出
	7-52	5. 08	5. 31				3, 13	107	107.7				0.46	2.8					38	38.8				1.47		30.07				1.56					未检出
	7-53	4. 96	5. 27				4. 29	111	107.3				2.40	2.6					37.3	39.1				3, 33		35.7				/					未检出
	7-54	4. 90	5.00			1	1.43	105	105.5				0.34	2.7					37.6	39.7				3, 84		35.2				1.63				<del></del>	未检出
	8-51	5. 15	5. 21			$\perp$	0.82	112	104.6				1.83	2.6					39. 4	38.4				1.82		37.5				1					未检出
	8-52	5. 48	5. 73				3. 15	114	110.8				2.01	2, 6					39. 2	38.1				2.01		35.5				/					未检出
	8-53	4. 85	5.02				2.44	123	104.8				1.30	2.7					38.9	38. 2				1.28		34.22				1					未检出
	8-54	4. 92	5. 13				2.96	106	103.3				1.82	2.6					38.6	38.6				0.00		36.6				1				$\overline{}$	未检出
	9-51	4. 21	4. 29				1, 33	100	95.9				2.96	2.5					38.5	38.1				0.74		37.9				1.54				$\overline{}$	未检出
	9-52	4. 18	4.31				2, 17	97	96.1				0.66	2.6					38. 4	37.7				1.30		36.79				1					未检出
	9-53	4.11	4.32				3, 52	112	97.1			. 1	0.08	2.6					38.6	38.6				0.00		36.63				/					未检出
	9-54	4. 18	4. 32				2.33	100	95.7				3.11	2.6					38. 1	39.5				2, 55		36.85				1					未检出

# 表 7 10-HDA≥6.0%合格品验证数据汇总

名称	批号				表-2-癸/≥6.0%)	烯酸					酸度(	90-159)	í.			灰分	(≤4.0	)%)				蛋白质	€ (≥33%	)					总糖					水分	分	$\Box$	淀粉	分
		健康	老山	日高	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	日高	蜂之语	老山	秦皇岛	天嘉	绿城 RSD	老山	秦皇	5天嘉	绿城	RSD	健康	蜂之语	老山	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	健康	日高	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD	蜂之语	秦皇岛	天嘉	绿城	RSD 日高	
	1-61	6.03	5. 98	6.18			V2	1.72	100	105	108			3. 9	2.6			1		37.3	39.8	38.3				3.37	36.6	38.0				2.71	2.8				未检	金出
	1-62	6.16	5.91	6.14				2. 29	100	104	109			4.3	2.7					36.8	38. 5	38.8				2.93	36.5	38.8				4. 39	2.7				未检	金出
	1-63	6.02	6.01	6.10				0.82	100	106	107			3.8	2.7			į.		36.6	38.7	35.9		Č		3.95	37.1	38. 1				1.92	2.8				未检	
	1-64	6.10	5.99	6.11			S.	1.10	100	104	108			4.0	2.7					36.7	38.7	38. 2				2.86	37.5	38. 9				2.54	2.7				未检	
	2-61	6.14	6.02	6.14				1.14	105	110	113			4. 0	2.7					36.6	38.7	39.1				3.64	36. 2	36.7				0.95	2.6				未检	
	2-62	6.12	6.02	6.25				1.88	105	111	114			4. 5	2.9					37.0	38.6	39.0				2.87	37.0	36.7				0.50	2.5				未检	
1	2-63	6.16	6.03	6. 20		, ,	0	1.45	105	108	112			3. 3	2.9					38.1	38. 5	39.0				1.18	36.5	37. 2				1.29	2.7				未检	金出
	2-64	6.13	6.03	6.27				1.96	105	108	114			4. 3	2.9					38.0	39.5	39.0				2.02	34.8	36.8				3.95	2.5				未检	金出
	4-61	5. 78	5. 76	5, 83				0.62	97	101	108			5. 4	3.0					38.7	42.8	39. 2				5. 78	34.7	36.8				4. 23	2.9				未检	金出
	4-62	5. 88	5. 32	5. 93				5. 93	98	102	105			3. 6	3.0					39.1	41.3	39.5				2.92	34.5	36. 4				3.81	3. 1				未检	金出
	5-61	5. 95	5. 82	6.04	6.10	6.25	6.00	2, 40	108	107	110	104	107	107 1.8	2.7	2. 9	2.8	2.8	2.92	37.6	39.1	38. 5	41.4	37.6	39. 5	3.66	35. 2	35.8	36. 2	36.8	35. 5	1.7	1.7	2.1	1.6	2.0	13.1 未检	金出
	5-62	6, 03	5. 84	6.05			- 10000000	1.94	108	111	110			1. 2:	2.7	1		1000000		38. 3	38.8	39. 4				1.44	34.6	36.6				3. 93	1.8				未检	金出
	5-63	6.07	5. 92	6.11				1.66	108	110	111			1. 2	2.7					38.3	39.6	39.4				1.85	34. 9	36. 1				2. 37	1.7				未检	金出
	5-64	6.13	6.00	6.19				1.59	109	109	109			0.2	2.7					38.3	40.4	38. 5		7		3.03	33.8	36.6				5. 66	1.6				未检	金出
冻干粉	6-61	6.31	6. 13	6.41			9	2. 26	107	107	110			1.8	2.7					37.6	39.6	36. 3				4.42	35.6	36.5				1.77	1.9				未检	金出
28十七月	6-62	6.33	6.11	6.36				2.18	108	108	110			1. 0	2.8					37.7	39.7	36.5				4.30	36.5	37. 2				1.32	2.0				未检	金出
	6-63	6. 33	6.18	6.36				1.53	107	108	111			1.9	2.7					36. 9	39.8	38.6				3.94	37.2	36. 5				1.36	1.6				未检	
1	6-64	6.34	6.21	6.36			Ú.	1.29	107	111	110			1.8	2.8					37.1	38.4	37.9				1.82	35.6	36.6				1.94	1.9				未检	金出
1	7-61	7.82	8.12	7.92				1.92	123	118	124			2. 5	2.7			i i	1	36. 4	38.6	36.2				3.63	35.1	36. 4				2.55	1.8				未检	金出
	7-62	6.64	6.61	6.79				1.44	114	115	121			3. 2	2.8					37.9	40.0	37.0				4.05	36.9	35. 2				3.43	2.0				未检	金出
	7-63	6.10	6.20	6.16				0.82	111	110	118			3.9	2.9					37.3	39.9	36.7				4.56	35. 1	34.3				1.73	2.0				未检	
	7-64	6.07	6.14	6. 19				0.98	110	112	118			3.7	2.8					39.9	40.7	36.6				5. 41	35.0	34.9				0.24	1.9				未检	金出
	8-61	5, 62	5.69	5. 68				0.67	103	106	107			1.9	2.9					38.1	39.0	40.5				3. 19	36.3	35. 3				2.08	2.1				未检	金出
	8-62	5. 84	5. 79	5.89				0.86	107	112	114			3. 2	2.7					37.8	38. 5	39.3				1.99	36.4	36.8				0.79	1.6				未检	金出
1	8-63	6.03	6.11	6.06				0.67	104	110	113			4. 2	2.8					39.0	40.4	39.9				1.80	37.0	35. 0				4.01	1.5				未检	金出
	8-64	5.97	6.07	6.04			o e	0.85	103	113	114			5. 5	2.7					37.6	38. 4	37.0				1.84	37.1	37.7				1. 21	1.4				未检	金出
	9-61	6. 25	6.34	6.34				0.82	109	107	113			2.8	2.3					38. 4	38.6	37.5				1.54	35. 3	36. 0				1. 31	2.2				未检	金出
	9-62	6. 29	6.40	6.36				0.88	108	109	113			2. 2	2.8					38.0	38. 3	37.5				1.04	37.6	36. 6				1.85	2.4				未检	金出
	9-63	6. 28	6.36	6.36				0.73	100	104	107			3. 5	3.0					37.9	38.6	38. 5				1.02	37.9	37.8				0.21	2.8				未检	全出
	9-64	6. 28	6.36	6.36			9	0.73	109	104	114			4.6	2.9					38. 3	39. 1	39. 5				1.60	33.8	36. 4				5. 14	2.4				未检	金出

# 蜂王浆冻干粉样品验证 检验结果报告单

报告单号:

报告日期:

2025.09.05

样品接受日期:

2025.08.12

样品规格:

20g/包

样品名称:

蜂王浆冻干粉

样品编号

见结果栏

提供样品单位 蜂王浆冻干粉国家标准修订工作组

检测方法

标准草案

检测单位

桐庐县检验检测中心

样品状态

样品密封, 状态良好

主要检测仪器 安捷伦液相色谱,酸式滴定管

受	水分%	蛋白质%	HMF ug/kg	备注
1-H1			1202	
1-H2			1198	
1-H3			1250	
1-H4			937	
2-H1			1108	
2-H1 2-H2			765	
2-H3			1052	
2-H3			860	
6-H1			1530	
6-H2			319	
	*		333	
6-H3			1901	
6-H4			2313	
7-H1			2454	
7-H2			2186	17 12
7-H3			2362	
7-H4			2252	
8-H1			2110	
8-H2	-		2239	
8-H3			2167	
8-H4			300	
9-H1			296	
9-H2			280	
9-H3			275	
9-H4			2.0	
				. 11
				及他
			/3	4
<sup>逾验人:</sup> 弘倚谣		申核: <b>かんか</b>	批准:	The IT

图 2 特等品中 HMF 检测数据

#### 3.1.2 综述报告

本标准修订小组组织的样品验证工作是验证本标准所确定指标的科学性、合理性的必要步骤。 经过各指标的试验验证分析,标准中规定水分、蛋白质、10-HDA、酸度、灰分、总糖理化指标均符 合蜂王浆冻干粉产品的实际情况,同时,也验证了方法的可行性。各实验室在验证过程中,态度认 真,作风严谨,部分实验室在提交报告的同时,提出了检测心得,为标准的可行性提供了实践经验, 使得本标准的实施具有很强的实用性。部分验证心得见图 3、图 4、图 5。

#### 附件:

#### 水分测定关键点和情况说明

- 1,水分测定,使用真空干燥箱,每次测定两个,呈对角放置,温度达到75度后放置样品,呈对角放置,测定结果平行性较好。
- 2,一次性放置样品过多,导致测定平行度差,测定结果不可信,后续开封样品无测定意义,故部分样品结果未报
- 3,参考 GB 5009.3-2025 测定,称取样品 2g 左右,水分含量在 1.5-2.6g/100g 之间,相当于含有 50mg 水分,采用 GB 9697-2008 蜂王浆水分测定偏差 0.08%不合理,应采用 GB 5009.3-2025 中不超过 10% 比较合理。

#### 蛋白质测定关键点和情况说明

- 1,称样量为 0.5g 左右,使用无酸称量纸包裹后放置消化管,催化剂采用:无水硫酸铜:硫酸钾 1: 10,催化剂 2g(参照 GB9697-2008)使用福斯 8 孔消化炉进行消化,消化程序为: 150℃1 小时,250℃1 小时,420℃2.5 小时,能够保证消化完全,中途补酸将侧壁黑色碳粒冲下去。
- 2, 定容体积 100mL,取样蒸馏 5mL,**后加入纯水 10mL(采用 GB5009.5-2025 中测定方法)**,再加 10mL 氢氧化钠溶液,保证在液封前氢氧化钠与样品未接触,加碱液后液封蒸馏,反应室不变黑(提前加热或不加水,会导致反应室液体变黑,结果偏低)。
- 3,采用 10mL 酸式滴定管进行滴定,分度值为 0.05mL,滴定盐酸浓度为 0.05mol/mL,滴定体积为 2mL 左右,指示剂采用 B 指示剂,滴定终点为灰红色。

#### 羟甲基糠醛测定关键点和情况说明

- 1,样品分为两类,可能采用的冻干工艺不同,其中6号样品和9号样品呈现疏松片状颗粒形态,鲜浅黄色,表面亲水性较好,滴管滴加10g水表现为沁润性良好,吸水后搅拌即均匀,无结块现象。其他类样品呈现呈现细粉末状,疏水性强,滴管滴加10g水长时间不浸润,搅拌后结块明显,需要缓慢滴加,并各段时间搅拌,复原为鲜王浆时间长。
- 2,样品使用玻璃制品制备,离心管应力较差,后采用 3600rpm 转速离心 3min,可能会导致回收率有一定影响。
- 3,使用塑料离心管平行性不好,离心后盐层上方还存在少量黄色水层,取上清液较完全时容易吸取到下方水层,导致旋蒸瓶内有白色结晶出现,6%甲醇水溶液可以溶解,但结果偏低。
- 4, 羟甲基糠醛标准品比较稳定,标曲曲线  $R^2$ 均在 4个9以上上机测定浓度均在 300 $\mu$ g/L 以下,故采用低浓度曲线,20-500 $\mu$ g/L,标准品一周后进样保留时间和面积仍稳定,故只做一次标准曲线。

#### 图 3 验证单位对水分、蛋白质、HMF 的建议

#### 附件: 实验参数说明

- I、10-HDA 的測定:标准品信息:生产单位,中国计量科学研究院标准物质编号:GBW(E)100250,批次编号:20001有效期至:2025年08月18日,标准值:99.8%称取0.14~0.16g样品,余按SN/T0854规定的方法测定。
- 2、蛋白质的测定: 称取约 0.5g 样品,余按 GB5009.5 第一法凯氏定氮法规定的方法测定。
- 3、总糖(以葡萄糖计)的测定: 称取约 1.5g 样品,余按 GB9697 总糖规定的方法测定。

## 图 4 验证单位对 10-HDA、蛋白质、总糖测定的实验参数说明

名称	批号	10羟基-2-癸烯酸 (≥5,0%)	酸度(90-159)	灰分 (≤4.0%)	蛋白质 (≥33%)
	1-51	5. 12	101	2.7	37.7
	1-52	4. 93	94	2.6	37.5
	1-53	5. 07	93	3. 2	37.2
	1-54	4. 91	91	2.8	37.6
	2-51	5. 09	97	2.7	37.8
	2-52	5. 20	94	2.7	37.1
	2-53	5. 45	104	2.8	38. 3
	2-54	5. 16	103	2.8	38. 1
	4-51	6. 23	102	2.6	36. 9
	5-51	4.71	110	2.6	37. 2
	5-52	4. 91	117	2.5	38
	5-53	4. 58	102	2.6	37. 9
	5-54	4. 70	102	2.5	38. 3
	6-51	4. 20	103	2. 5	37.8
冻干粉	6-52	4. 20	100	2.6	37.4
	6-53	5. 39	108	2.8	37.7
	6-54	4. 19	98	2.4	37.9
	7-51	5. 07	113	2.6	37.7
	7-52	5. 08	107	2.8	38
	7-53	4. 96	111	2.6	37.3
	7-54	4. 90	105	2.7	37.6
	8-51	5. 15	112	2.6	39. 4
	8-52	5. 48	114	2.6	39. 2
	8-53	4. 85	123	2.7	38. 9
	8-54	4. 92	106	2.6	38.6
	9-51	4. 21	100	2.5	38. 5
	9-52	4. 18	97	2.6	38. 4
	9-53	4. 11	112	2.6	38. 6
	9-54	4, 18	100	2, 6	38. 1

現明: (1) 10羟基-2-癸烯酸項目称量0.12-0.17g定容至50ml容量報; (2) 酸度項目称取0.95-1.05g, 加新沸冷水75ml, 超声使溶解后测量(样品不能完全溶解) (3) 备注黄色是低于限度、备注红色是超过上限。

图 5 验证单位对酸度测定的建议

从验证数据看,部分数据的实验室间精密度不理想,其中的原因有部分参与单位对检测方法不是很熟练,比如总糖的测定,对于终点的把握不准确;由于样品密封性不够好,分样时,水分的均匀性不能保证各分样完全一致;可能时间匆忙,企业没有调配好10-HDA的冻干粉成品,出现了10-HDA没有达到规定等级的现象,这需要在今后的实践中加以改进。

结论: 本标准质量指标确定合理、检测方法可行。

#### 3.2 技术经济论证

3.2.1 技术评估。蜂王浆冻干粉是蜂王浆脱水后的产品,最大限度保留了蜂王浆中的生物活性成分,GB/T 21532-2008 蜂王浆冻干粉国家标准实施已经 17 年,存在质量指标设定缺乏足够的科学性,缺少能够体现加工工艺先进性的指标,以及检测方法不合理的问题。本标准修订小组,调整了蛋白质和酸度的指标,避免了因为蛋白质指标过低,以次充好的可能性,避免了使用合格原料加工的产品,因酸度达不到要求而产生的质量纠纷,指标设定更符合实际情况。此次修订,在延续 2008 版标准以10-HDA 划分质量等级的同时,首次将 HMF 指标引入本标准,作为特等品的要求。既保证了目前市场的稳定性,又促使企业生产新鲜度更高的产品,促进产品更新换代的步伐,使蜂王浆冻干粉产品向高质量发展的目的。另外,对质量指标的检测方法进行全面修订,使得方法更加符合蜂王浆冻干粉的产品特性,加强了本标准的实用性、可操作性。因此,与 2008 版相比,本标准具有较强的创新性、先进性,使得标准更加科学、合理。

3.2.2 经济分析。本文件是对 2008 版的修订,修订后的标准更加合理、科学,对促进高品质产业发展,具有实践指导意义。特别是温度敏感指标——HMF 指标的引入,引导企业和市场更加重视产品生产加工,标准的实施,将改变目前唯 10-HDA 论品质的观点和现状。HMF 溶于水,无法从冻干粉中单独提取出来,迫使源头重视原料保存,生产端重视改进优化加工工艺。只要有特等品在市场流

- 通,这种有技术含量的产品与以 10-HDA 论品质的产品就产生了差异,这种产品差异化可以让消费者有更好的消费体验,因而,将会有更多的企业跟进,形成追求更高品质的良性循环,优质优价得以体现,蜂农收入因此增加。因此,本文件的应用,可以进一步提高产品品质,提高企业、蜂农的收益,经济社会效益十分明显。
- 3.2.3 效果评估。本文件的修订,建立在 17 年的实践经验基础之上,修订了原标准的不足之处,质量指标更加合理,分析方法更加科学,对产品包装、标签、贮存、运输的要求只提出基本要求,使得标准更加具有灵活性,同时,提出了蜂王浆冻干粉的生产过程控制要求和安全卫生要求,指导生产加工企业保证食品安全,因此,应用效果更好。
- 3.2.4 风险评估。本文件的应用可以提升我国蜂王浆冻干粉的生产、加工技术水平,进一步提升我国蜂王浆冻干粉的品质,在商业竞争中,本标准的应用有利于市场的差异化竞争,从而促进我国蜂王浆冻干粉产品向高品质方向发展的良性循环。对未来我国蜂王浆冻干粉产品品质的控制方向均有积极影响。
- 3.2.5.比较和选择。经查询,本文件是目前唯一的产品质量标准,农业部 NY 5135-2002 无公害食品 蜂 王浆与蜂王浆冻干粉标准已于 2014 年 1 月 1 日废止。本文件是以蜂王浆冻干粉为原料的蜂王浆制品 产品标准的最佳质量控制依据。
- 3.2.6.敏感性分析。本文件的修订并没有质的改动,只是对不合理部分的改进,比如质量指标更加符合实情,检测方法更加适用、可行。尽管新加入了特等品的要求,并规定了 HMF 的指标要求,但是,优等品与合格品仍然不作要求,保证了标准的延续性与创新性兼顾,整个过程是平缓的,不会存在行业的波动现象。

综上,本文件在技术上可行、经济上合理,并能够在项目实施过程中取得预期的效益。

## 3.3 预期社会效益

#### (1) 有利于蜂王浆冻干粉行业向高品质方向发展

我国是蜂王浆的生产大国,因为蜂种和饲养方式的改变,蜂王浆中的特殊脂肪酸 10-HDA 的含量越来越低<sup>[8]</sup>,这不代表着蜂王浆的总体品质的下降,蜂王浆中的活性蛋白成分并未下降,而蜂王浆冻干粉国家标准的品质指标十多年来未有修订,仍然唯 10-HDA 论品质。有些蜂场和企业想改变这种现状,蜂王浆全程冷链直到送到消费者手中,旨在生产高新鲜度的蜂王浆,这种蜂王浆的价格最高可达每公斤上千元,是普通蜂王浆的 10 倍以上,企业在销售过程中向消费者宣传时,除了反复强调冷链保证产品活性以外,没有其他的证据来证明其产品的新鲜度情况。这种情况同样发生在蜂王浆冻干粉行业里,蜂王浆冻干粉在加工时,温度控制同样对产品的新鲜度产生重大影响。

要解决有关问题,一个可行的方法就是提倡蜂王浆冻干粉产品的新鲜度。HMF 是蜂王浆受光照、高温等作用下产生,新鲜蜂王浆中不存在的一种物质,它溶于水,有较高的沸点,无法在不破坏蜂王浆性质特征的情况下从产品中去除,因此,是一个非常好的新鲜度品质指标,可以间接表明蜂王浆中的各种活性物质是否受到损失。2025年4月GB/T45625《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》发布,使得蜂王浆冻干粉的新鲜度有了间接反映的指标。因此,本

文件修订时加入了 HMF 的指标。

本文件的实施,使得蜂王浆冻干粉的新鲜度得以保证,吸引生产者和消费者更关注蜂王浆的新鲜度,而不仅限于 10-HDA,真正明白,蜂王浆除了 10-HDA 而外,还有非常多的其他生物活性成分才是更重要的。从这方面来说,新鲜度显得更重要,这也必将促使蜂王浆冻干粉的生产与加工更加科学、规范与合理,故有利于我国蜂王浆冻干粉行业向高品质方向发展。

#### (3) 促进蜂王浆冻干粉市场繁荣

蜂王浆是广受世界欢迎的有利于人体健康的产品,90%产自中国,一半用于出口,多年来,一直保持 3000-4000 吨的产量。市场上蜂王浆及冻干粉产品大部分以纯品,不加任何添加剂的产品形式在出售。由于没有关注蜂王浆的新鲜度,产品保健效果因为忽略新鲜度而不显著。本文件加入了间接反映新鲜度的 HMF 指标,将为蜂王浆冻干粉的新鲜度提出一个可以定量的指标,无论是蜂王浆还是其冻干粉,新鲜度高的蜂王浆因为活性物质的最大保留而更有保健效果,令消费者重拾对蜂王浆的信心,提升消费量。本文件实施,蜂王浆冻干粉市场上必将出现新的繁荣时代,真正实现优质优价。人们对新鲜度高的蜂王浆冻干粉的不断提高的需求,将促进蜂王浆冻干粉的高品质生产,对蜂王浆冻干粉的生产进步起到不可估量的作用。

#### (4) 提升我国蜂王浆行业的技术水平,保持国际领先水平

本文件的实施,为蜂王浆国标修订提供参考。本文件的修订小组,通过实践,已经明确,在不同贮存、加工条件下,蜂王浆冻干粉中的 HMF 存在明显不同,根据制定 GB/T 45625 时积累的数据及修订本标准时收集的验证样品得到的数据,确定了本文件的合理的 HMF 指标,来保证产品的新鲜度以及品质,本标准更加完善。这有利于提升我国的蜂王浆冻干粉行业的整体质量控制技术水平,经查阅文献,国际上尚无相关应用。本文件的技术因此处于国际领先水平。

#### 3.4 经济和生态效益

养蜂业是一种可持续发展和环保的事业,有利于环境生态的平衡,也得到国家的大力提倡与支持。因为蜂王浆生产与运输的模式多年未曾改变,蜂王浆的品质也一直未曾有重大的提升,蜂农收入也因此受到影响,蜂农老龄化日益明显。本文件实施,必将促进养蜂业的发展,提升现有生产方式,能够按本文件实施的蜂农,生产出的蜂王浆冻干粉新鲜度好,价格优,可以明显增加蜂农收入。本文件的实施,可以促进企业加工新鲜度好的产品,以满足市场的需求,与一般的产品在品质上体现出了巨大的优势,优质优价,提升产品的竞争力,最终提升整体蜂王浆的市场价格,经济效益显著。

# 四. 与国际、国外同类标准技术内容的对比情况,或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本文件没有可采用的国际标准和国外相同标准进行对比,在国际上处于领先地位。蜂王浆冻干粉的国际标准正在制定中,本文件的技术可以为蜂王浆冻干粉的国际标准提供技术参考。

# 五、以国际标准为基础的起草情况,以及是否合规引用或者采用国际国外标准,并说明未采用国际 标准的原因

本文件没有可采用的国际标准和国外相同标准进行对比,在国际上处于领先地位。目前,蜂王浆冻干粉的国际标准正在制定中,本文件的起草单位杭州碧于天保健品有限公司是项目负责人单位。

#### 六、 与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本文件与现行的法律法规及相关标准一致,无冲突。

#### 七、重大分歧意见的处理经过和依据

本文件在起草讨论和征求意见过程中未发生重大分岐意见。

#### 八、涉及专利的有关说明

本文件不涉及专利。

#### 九、实施国家标准的要求,以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

- 1. 建议鉴于当前蜂王浆冻干粉行业的质量一直未得到提升,市场与价格双重疲软的状况,有志于生产高品质蜂王浆冻干粉的企业无技术支撑,为扭转唯 10-HDA 为品质论的不合理现状,加快蜂王浆冻干粉产业高质量发展步伐,本文件应尽快发布实施。建议过渡期半年。
  - 2. 建议本文件应纳入有关部门的产品质量培训教材, 使本文件尽快得到推广应用。

#### 十、其他应当说明的事项

无。

#### 参考文献:

- [1] GB 9697-2008 蜂王浆[S],2008
- [2] GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定[S],2016
- [3] 中华人民共和国药典(2025年版)[S],2025
- [4] GB 5009.4-2016 食品安全国家标准 食品中灰分的测定[S],2016
- [5] GB 5009.7-2016 食品安全国家标准 食品中还原糖的测定[S],2016
- [6] GB 5009.8-2023 食品安全国家标准 食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定[S],2023
- [7] GB 5009.239-2016 食品安全国家标准 食品酸度的测定[S],2016
- [8] 胡元强.破解蜂王浆质量难题 优质优价是良方[J],中国蜂业,2014,65:49-50
- [9] 陈明虎,陈坤. 2012 年蜂王浆产销行情分析及 2013 年市场预测[J],中国蜂业, 2013,64(12): 26-28
- [10] 何腾飞,林德祥,王粉琴.我国蜂王浆的质量现状调查[J],中国蜂业, 2009,60(5): 36-37