

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 629—2002

蜂 胶

2002-12-30 发布

2003-03-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准起草单位：中国农业科学院蜜蜂研究所。

本标准参加单位：北京蜂珍科技开发有限公司。

本标准主要起草人：许正鼎、骆尚骅、乞永艳、谢玉衡。

蜂 胶

1 范围

本标准规定了蜂胶的定义、质量要求、检验方法、检验规则、标志、包装、贮运要求。
本标准适用于蜂胶的生产、加工和销售。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 1631 食品包装材料用尼龙树脂卫生标准

GB 1632 食品包装材料用尼龙成型品卫生标准

GB/T 5009.12 食品中铅的测定方法

GB 15204 食品容器、包装材料用偏氯乙烯-氯乙烯共聚树脂卫生标准

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

蜂胶 propolis

蜜蜂将来自植物的枝条、叶芽及愈伤组织等的分泌物与上腭腺、蜡腺等的分泌物同少量花粉混合后所形成的粘性物质。

3.2

总黄酮 total flavonoids

蜂胶中黄酮及类黄酮类物质的含量总和。本标准是以蜂胶中常见的高良姜素(galangin)，槲皮素(quercetin)，芦丁(rutin)，杨梅酮(myricetin)，茛非醇(kaempferol)，芹菜素(apigenin)，松属素(pino-cembrin)，柯因(chrysin)等8种黄酮含量之和表示。

3.3

氧化时间 oxidation time

蜂胶的综合氧化能力(即综合还原能力)，通常指一定量的蜂胶使一定体积的浓度为0.01 mol的高锰酸钾液的紫红色完全消退所需时间，用秒(s)来计量。

4 质量要求

4.1 感官

蜂胶的感官指标应符合表1的规定。

表 1 感官指标

项 目	等 级			
	优 等 品	一 等 品	二 等 品	等 外 品
状 态	不透明的非晶状团块或碎片,10℃以下为固体,20℃~40℃逐渐变软,有粘性和可塑性,60℃以上逐渐熔化为粘稠性流体			
气 味	有浓烈的芳香味	有较浓的芳香味	有明显的芳香味	芳香味较淡
色 泽	暗绿、灰褐、灰黑或褐色等,有较亮丽的光泽	暗绿、灰褐、灰黑或褐色等,有亮丽的光泽	暗绿、灰褐、灰黑或褐色等,有光泽	暗绿、灰褐、灰黑或褐色等,色泽灰暗
滋 味	用口尝辛辣感极强	用口尝辛辣感较强	有明显的辛辣感	辛辣感较淡

4.2 理化指标

蜂胶的理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	等 级			
	优等品	一等品	二等品	等外品
75%乙醇提取物含量/(%)	≥70	55~70	40~55	≤40
蜂蜡和 75%乙醇不溶物含量/(%)	≤30	30~45	45~60	≥60
氧化时间/s	≤5	5~10	10~22	≥22
总黄酮含量/(%)	≥15	10~15	5~10	≤5
铅含量(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤1	1~3	3~8	≥8

5 检验方法

5.1 抽样与取样

5.1.1 抽样方法

每批 20 件以下者,抽样件数不少于 50%;20 件以上者,每增加 10 件,增抽样品一件。

5.1.2 取样方法

随机从包装中取出蜂胶若干。对于块状蜂胶,分别从不同胶块或同一胶块的不同部位取样 5 g~10 g,使每一批的取样总量不少于 300 g。然后将采得的样品放入 3℃~10℃的冰箱中冷冻 1 h 后,再取出将其砸成或粉碎成粉末状。

5.2 感官检验

5.2.1 色泽

将蜂胶块冷冻后,用锤砸开,在自然光的环境中观察外表及断面的光泽度。

5.2.2 黏性

将蜂胶块(沫)加热至 35℃以上,用手揉搓成条,再慢慢向两端拉伸。含胶量越大,黏性越大,拉伸长度亦越大。

5.2.3 气味、滋味

取少许试样置于一定的玻璃板上,先口尝蜂胶的滋味,再点燃,嗅其气味是否异常。

5.3 理化检验

5.3.1 蜂胶总黄酮含量的测定见第 A.1 章。

5.3.2 蜂胶抗氧化时间的测定见附录 A.2。

5.3.3 蜂胶中乙醇可溶物的含量测定见附录 A.3。

5.3.4 蜂蜡和不溶物的含量测定见附录 A.4。

6 检验规则

6.1 组批规则

6.1.1 产品均应以批为单位,同批产品的品质、规格、包装应整齐一致。

6.1.2 同一地区、按同一过程所生产的同规格产品为一个货批。

6.2 检验

6.2.1 型式检验

型式检验是对产品质量进行全面考核,即对本标准规定的全部要求(指标)进行检验。有下列情形之一者应对产品质量进行型式检验。

- a) 对产品进行年度抽查检验;
- b) 产品出口、评优或国家质量监督机构、行业主管部门提出型式检验要求;
- c) 前后两次抽样检验结果差异较大;
- d) 因人为或自然因素使生产环境发生较大变化。

6.2.2 交收检验

每批产品交收(出厂)前,生产单位都要进行感官、标志和包装等的检验,检验合格后并附合格证的产品方可交收(出厂)。

6.2.3 包装检验

应按第8章的规定进行。

6.3 抽样方法

抽样应按本标准5.1.1的规定,从每一批货中随机抽取样品。一半样品作为检测用,另一半作为备用样品暂存。

6.4 判定规则

6.4.1 检验结果全部符合本标准规定的产品为合格。

6.4.2 主要理化指标、有毒有害指标中有一项不合格,则判定该批次受检产品为不合格。

6.4.3 该批次样本标志、包装、净含量不合格者,允许生产单位进行整改后申请复检一次。若检验结果中出现不符合本标准规定的指标,允许复检一次,复检应取同一批产品中副样进行,以复检结果为准。但感官指标检测不合格不得复检。

7 标志

7.1 食品标签

应符合GB 7718的要求。运输包装上的标志应与食品标签一致。

7.2 图示标志

应符合GB/T 191的要求。

8 包装、运输、贮存

8.1 包装

8.1.1 包装材料应符合食品卫生安全标准要求。

8.1.2 包装要牢固、防潮、整洁,便于装卸、仓储和运输。

8.1.3 产品应按同产地、同规格分别包装。

8.2 运输

8.2.1 运输时做到运输工具清洁卫生、干燥、无异味、无污染,严禁与有毒、有害、有异味、易污染的物品混装混运。

8.2.2 运输途中严防日晒、雨淋,装卸时应轻放轻卸。

8.3 贮存

- 8.3.1 临时或短期贮存,应以阴凉干燥、清洁卫生的场所为宜,严禁日晒、雨淋及有毒有害物质的污染。
- 8.3.2 长时间存放,应按产品等级、规格分别堆放,保持贮存场所阴凉干燥。
- 8.3.3 产品不得与有毒、有害、有异味的物品同处贮存。

附录 A

(规范性附录)

蜂胶的理化指标检测方法

A.1 蜂胶总黄酮含量的测定

A.1.1 原理

母核上羟基、甲氧基、糖甙元的个数不同,而形成一系列黄酮和黄酮甙。蜂胶中常见的黄酮是以下 8 种:高良姜素,槲皮素,芦丁,杨梅酮,茨菲醇,芹菜素,松属素,柯因,在紫外波长 270 nm 处均有吸收。这 8 种黄酮的分子中因含有羟基的数量不同因而极性不同,在反向 C₁₈柱上的保留时间不同,随着羟基数量的减少其保留时间增加。因此以下八种黄酮出峰的顺序应是芦丁→杨梅酮→槲皮素→茨菲醇→芹菜素→松属素→柯因→高良姜素。用反向高效液相色谱法测定蜂胶中的黄酮含量,快速、准确、精密度高。

A.1.2 试剂

- 高良姜素,槲皮素,芦丁,杨梅酮,茨菲醇,芹菜素,松属素,柯因(色谱纯)。
- 甲醇(优级纯,并经 0.5 μm 滤膜过滤)、乙醇、磷酸(优级纯)、蒸馏水(重蒸,并经 0.45 μm 滤膜过滤)。

A.1.3 设备和仪器

- 超声波水浴;
- 振荡器;
- 高压液相色谱仪(紫外检测器);
- 天平。

A.1.4 色谱条件

色谱柱:Kromasil-C₁₈(0.4×25 cm);
 流动相:65%甲醇-35%水(用磷酸调 pH 至 3);
 流速:0.7 mL/min;
 检测器:UV270 nm×0.1AUFS;
 定量方法:外标法(峰面积)。

A.1.5 步骤

A.1.5.1 配制标准溶液

精密称取高良姜素,槲皮素,芦丁,杨梅酮,茨菲醇,芹菜素,松属素,柯因标样各 2.0 mg 于 50 mL 的容量瓶中,用甲醇溶解并定容,摇匀备用。

A.1.5.2 样品溶液的制备

称取蜂胶样品 0.1 g(精确到 0.001 g),放入 50 mL 的容量瓶中,加入 40 mL 甲醇,在超声波水浴中加热至 60℃,振荡 30 min,待样品溶解后,用甲醇定容,用 0.5 μm 的滤膜过滤,滤液用做上机分析。

A.1.5.3 测定

在上述色谱条件下,取 10 μL 标准溶液进行分析,得到色谱图,重复进样 6 次,计算峰面积的平均值;在同一色谱条件下,取 10 μL 样品溶液进行分析,外标法计算样品中各种黄酮的含量。

A.1.5.4 计算

见式(A.1):

$$C = \frac{M \times A_2 \times V_2 \times 100}{W \times A_1 \times V_1} \dots\dots\dots (A.1)$$

1 min, 然后, 用 0.2 mL 的吸量管加入 0.05 mL 0.01 mol/L 的高锰酸钾液, 在加入高锰酸钾液的同时, 开动秒表, 当溶液的紫红色完全消退时, 停止秒表, 记录溶液的紫红色完全消退所耗用的时间(以秒, s 计), 即是该样品的抗氧化时间。每一个样品同时平行测定两次, 取算术平均值作为该样品的测定值。

A.3 蜂胶中乙醇可溶物的含量测定

A.3.1 测定原理

蜂胶原料中含有的主要生物活性和药理作用成分能溶于 75% 的乙醇液, 以此作为评定蜂胶原料质量的一个指标。测定时称量试样中不溶于 75% 乙醇部分的质量, 用减量法可得到溶于 75% 乙醇液的质量, 即是 75% 的乙醇提取物的质量, 计算其在试样中的百分含量。

A.3.2 试剂

- a) 乙醇(95%); 分析纯;
- b) 蒸馏水;
- c) 定量滤纸。

A.3.3 仪器与设备

- a) 天平(感量 0.001 g);
- b) 电动粉碎机;
- c) 鼓风干燥箱;
- d) 自动振荡器;
- e) 具塞磨口锥形瓶(250 mL);
- f) 容量瓶(100 mL、500 mL);
- g) 烧杯(100 mL、500 mL);
- h) 瓷研钵;
- i) 波纹漏斗(ϕ 12 cm)。

A.3.4 方法和步骤

- a) 配制 75% 乙醇液;
- b) 称取 10 g(精确到 0.001 g) 蜂胶试样放入研钵内, 加入 50 mL 75% 的乙醇液, 研磨成糊状, 将糊状物移入锥形瓶内, 用少量乙醇液分三次冲洗研钵, 冲洗液合并于锥形瓶内, 使乙醇液的体积达到 150 mL, 盖好瓶塞, 将此瓶置于振荡器上, 室温条件下每隔 1 h 振荡 30 min, 浸提时间不得少于 24 h;
- c) 取一张预先称重的滤纸置于漏斗内, 将上述提取液过滤于另一个锥形瓶中, 再用少量乙醇分三次冲洗原锥形瓶及滤纸, 不溶物及滤纸室温晾干后, 放入鼓风干燥箱内, 50°C 干燥至恒重, 称重, 计算乙醇提取物的质量。在相同条件下做三次平行试验。

A.3.5 计算

见式(A.2)。

$$X_1 = \frac{(W - W_1) \times 100}{W} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

X_1 ——样品中乙醇提取物的含量, %;

W ——样品质量, 单位为克(g);

W_1 ——不溶物质量, 单位为克(g)。

平行试验允许的误差不超过 1.5%, 取三次测定的平均值。

A.4 蜂蜡和不溶物的含量测定

利用式(A.2)求得 X_1 , 再运用减量法, 求得蜂蜡和不溶物的含量, 具体计算公式见(A.3);

$$X_2 = 100\% - X_1 \quad \dots\dots\dots(A.3)$$

式中：

X_2 ——蜂蜡和不溶物含量，%；

X_1 ——乙醇提取物含量，%。

