

DBS63

青海省地方标准

DBS63/××××-2022

食品安全地方标准 枸杞蜂蜜

(送审稿)

2022-xx-xx 发布

2022-xx-xx 实施

青海省卫生健康委员会 发布

前 言

本文件遵循《中华人民共和国食品安全法》《中华人民共和国标准化法》《青海省食品安全地方标准管理办法》等法律、法规规定，按照GB/T11-2020《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。

本文件由青海花赐生物科技有限公司提出。

本文件由青海省卫生健康委员会归口。

本文件起草单位：青海花赐生物科技有限公司、中国农业科学院蜜蜂研究所、青海之也科技咨询服务有限公司。

本文件主要起草人：山永凯、贾彩惠、赵小娟、刘洪智、薛德艳、王健斌、张红城、许安洁、乔江涛、孔令杰、李树志、董捷、黄俊。

本文件由青海省卫生健康委员会监督实施。

本文件于 2022 年××月××日首次发布。

枸杞蜂蜜

1 范围

本标准规定了枸杞蜂蜜的术语和定义、质量要求、检验规则、包装、标签与标志、贮存、运输、保质期。

本标准适用于青海省境内采集、加工的枸杞蜂蜂蜜。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适于本文件。凡是不注明的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量
GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量
GB 4789.1 食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则
GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
GB 4789.5 食品安全国家标准 食品微生物学检验 志贺氏菌检验
GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
GB 5009.8 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
GB 5009.14 食品安全国家标准 食品中锌的测定
GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
GB 14963 食品安全国家标准 蜂蜜
GB/T 191 包装储运图示标志
SN/T 0852 进出口蜂蜜检验规程

3 术语和定义

本标准采用下列定义和术语。

3.1

枸杞蜂蜜

蜜蜂仅采集枸杞植物的花蜜、露蜜或分泌物，与其自身分泌物混合后，经过转化、沉积、去水、贮藏于蜂巢中，并在蜂巢内转化直至成熟。

3.2

花旗松素

是枸杞蜜中的特有成分，用于区分枸杞蜂蜜和其他蜂蜜的特征性成分。

3.3

标准指纹图谱

枸杞蜂蜜中所含各类成分的特征性色谱图。

4 质量要求

4.1 蜜源要求

蜜蜂采集植物主要来源于青海省境内枸杞的花蜜、分泌物或蜜露，应安全无毒，不得来源于有毒蜜源植物。

4.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	要求	检测方法
色泽	色泽均匀一致，呈琥珀色。结晶状态下为乳白色	按 SN/T 0852 的相应方法检验
滋味、气味	具有枸杞特有的花香味，无酸或酒的挥发性气味和其他异味	
状态	常温下呈粘稠流体状，或部分及全部结晶，无发酵征状	GB 14963 感官要求中相应方法检测
杂质	不含有蜜蜂肢体、幼虫、蜡屑及正常视力可见杂质（含蜡屑巢蜜除外）	

4.3 理化要求

应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	要求	检验方法
果糖和葡萄糖（g/100g）	$\geq$	65 GB 5009.8
蔗糖（g/100g）	$\leq$	5 GB 5009.8
花旗松素（mg/kg）	$\geq$	2.5 本标准附录 A
丁香酸甲酯与花旗松素含量比	$\leq$	0.06 本标准附录 A
锌(Zn)/（mg/kg）	$\leq$	25 GB 5009.14

4.4 污染物限量

污染物限量应符合 GB2762 的规定。

4.5 兽药残留限量和农药残留限量

4.5.1 兽药残留限量

兽药残留限量应符合相关标准的规定。

4.5.2 农药残留限量

农药残留限量应符合 GB2763 的规定。

4.6 微生物限量

微生物限量应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项目		要求	检验方法 ^a
菌落总数/（CFU/g）	≤	1000	GB 4789.2
大肠菌群/（MPN/g）	≤	0.3	GB 4789.3
霉菌计数/（CFU/g）	≤	200	GB 4789.15
嗜渗酵母计数/（CFU/g）	≤	200	GB 14963 中附录 A
沙门氏菌		0/25g	GB 4789.4
志贺氏菌		0/25g	GB 4789.5
金黄色葡萄球菌		0/25g	GB 4789.10
^a 样品的分析及处理按 GB4789.1 执行。			

4.7 真实性要求

不得添加或取出任何成分。

5 包装、标签与标志、贮存、运输、保质期

5.1 包装

产品包装材料和容器应卫生、无毒无异味、无破损，应符合相关产品质量标准及食品安全要求，包装应密封完好、无泄漏。

5.2 标签与标识

产品包装应符合 GB 7718 的规定，产品储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

5.3 贮存

产品应贮存于阴凉、通风、干燥清洁的常温环境中；严禁与有毒、有害、有异味、有腐蚀性的物品混放。

5.4 运输

产品运输所用运输工具应清洁卫生，防止日晒、雨淋、重压，不得与有毒、有害、易腐败变质、有腐蚀性或有异味的物品混运。搬运产品应轻拿轻放，严禁摔扔、撞击、挤压。

5.5 保质期

本标准规定的贮存条件下，自生产之日起，产品保质期为 24 个月。

附录 A
(规范性附录)
枸杞蜜理化指标检测方法

A. 1 花旗松素和丁香酸甲酯含量测定

A. 1.1 原理

蜂蜜中的植物化学物质主要来自于花蜜，由于蜂蜜中的植物化学物质含量相对较少，因此采用 Phenomenex Strata-X-A 固相萃取柱富集蜂蜜中植物化学物质。花旗松素和丁香酸甲酯最大紫外吸收波长为 301 和 275。在反相 C₁₈ 柱上的保留时间不同。

A. 1.2 试剂

- a) 花旗松素、丁香酸甲酯（色谱纯）。
- b) 甲醇（色谱纯）、乙酸（色谱纯）、氨水（分析纯）、甲酸（分析纯）、蒸馏水（重蒸，并经 0.45μm 滤膜过滤）。

A. 1.3 设备和仪器

- a) 离心机；
- b) 氮吹仪；
- d) 分析天平；
- e) 高效液相色谱仪（紫外检测器）；

A. 1.4 色谱条件

色谱柱：Kinetex C18(150×4.6mm, 5μm)；
流动相：A 相水（含 2%乙酸），B 相甲醇（含 2%乙酸）；
流速：0.65ml/min；
检测波长：280nm；
温度：35℃；
梯度洗脱程序：0-11min, 5%-8% B；11-14min, 8%-10% B；14-17min, 10%-14% B；17-24min, 14%-20% B；24-28min, 20%-21% B；28-30min, 21%-22% B；30-36min, 22%-25% B；36-41min, 25%-30% B；41-46min, 30%-33% B；46-55min, 33% B；55-60min, 33%-34% B；60-70min, 34%-36% B；70-80min, 36%-45% B；80-90min, 45%-75% B；
定量方法：外标法（峰面积）；

A. 1.5 步骤

A. 1.5.1 配置标准品溶液

称取花旗松素和丁香酸甲酯各 2mg 于 50ml 的容量瓶中，用甲醇溶解并定容，摇匀备用。

A. 1.5.2 建立标准品标准曲线

将 A.1.5.1 中配制好的标准品溶液用 0.22μm 滤膜过滤，在上述色谱条件下每个标准品溶液分别以 1、5、10、15、20、25μl 的体积上样分析。最终以标准品的进样量 x（纳克，ng）对色谱图上的峰面积 y 进行线性回归分析，得到每个标准品的标准曲线。

A. 1.5.3 蜂蜜样品的前处理

从冰箱中取出蜂蜜样品，如是未结晶状则直接称重；如是结晶状，将样品至于 35℃水浴 20 分钟，

充分搅拌后称重。把 200ml 烧杯放在天平上，去皮，称取 20 g±0.1g 的蜂蜜样品；加入 80ml 超纯水，充分搅拌，放入超声波清洗器中，25℃连续超声 10 分钟。从超声中取出，用氨水(5:95 V/V)调节 pH 6~7。将蜂蜜样品分装到四个离心管中配平，5000×g 离心 10 分钟或 4000×g 离心 15 分钟；离心后的样品及时从离心管中取出。

固相萃取柱的活化：将 Strata-X-A 固相萃取柱固定在萃取架上，用移液枪移取 3ml 甲醇缓慢加入萃取柱中。待萃取柱活化完毕后，及时加入 1ml 水（pH6~7）进行平衡。待萃取柱平衡结束，将离心后的蜂蜜样品过萃取柱，待蜂蜜样品全部过完萃取柱，用移液枪移取 1ml 超纯水加入萃取柱中进行清洗。待清洗结束，用移液枪移取 2ml 甲酸甲醇溶液（5:95 V/V）洗脱萃取柱上成分，并且用试管收集洗脱液。将洗脱液置于氮吹仪上，氮吹至溶剂全部挥发。用 2ml 甲酸甲醇（色谱纯）溶液（2:98 V/V）复溶氮吹后的多酚类成分，用移液枪反复吹打，置于超声清洗器中，25℃连续超声 2 分钟。复溶液过 0.22μm 滤膜过滤至上样瓶中准备 HPLC 检测。

A. 1. 5. 4 测定

在上述色谱条件下，取 20μL 样品溶液进行分析，外标法计算样品中的花旗松素和丁香酸甲酯的含量。

A. 1. 6 计算

见式（1）：

$$C=5M\cdots\cdots\cdots (1)$$

式中：

C——每 100g 样品中各种多酚的含量，单位为毫克（mg）；

M——20μL 样品溶液中目标化合物含量，单位为微克（μg）；

A. 2 枸杞蜜的高效液相色谱图

A. 2. 1 原理

枸杞蜜中常见的植物化学成分是花旗松素、反反式脱落酸和顺反式脱落酸，在紫外波长 280nm 下均有吸收，在反相 C₁₈柱上的保留时间不同。出峰的顺序是花旗松素→反反式脱落酸→顺反式脱落酸。花旗松素和顺反式脱落酸是枸杞蜜的特征色谱峰。

A. 2. 2 试剂

甲醇（色谱纯）、乙酸（色谱纯）、氨水（分析纯）、甲酸（分析纯）、蒸馏水（重蒸，并经 0.45μm 滤膜过滤）。

A. 2. 3 设备和仪器

- a) 离心机；
- b) 氮吹仪；
- d) 分析天平；
- e) 高效液相色谱仪（紫外检测器）；

A. 2. 4 步骤

A. 2. 4. 1 蜂蜜样品的前处理

从冰箱中取出蜂蜜样品，如是未结晶状则直接称重；如是结晶状，将样品至于 35℃水浴 20 分钟，充分搅拌后称重。把 200ml 烧杯放在天平上，去皮，称取 20 g±0.1g 的蜂蜜样品；加入 80ml 超纯水，充分搅拌，放入超声波清洗器中，25℃连续超声 10 分钟。从超声中取出，用氨水(5:95 V/V)调节 pH 6~7。将蜂蜜样品分装到四个离心管中配平，5000×g 离心 10 分钟或 4000×g 离心 15 分钟；离心后的样品及时从离心管中取出。

固相萃取柱的活化：将 Strata-X-A 固相萃取柱固定在萃取架上，用移液枪移取 3ml 甲醇缓慢加入萃取柱中。待萃取柱活化完毕后，及时加入 1ml 水（pH6~7）进行平衡。待萃取柱平衡结束，将离心后的蜂蜜样品过萃取柱，待蜂蜜样品全部过完萃取柱，用移液枪移取 1ml 超纯水加入萃取柱中进行清洗。待清洗结束，用移液枪移取 2ml 甲酸甲醇溶液（5:95 V/V）洗脱萃取柱上成分，并且用试管收集洗脱液。将洗脱液置于氮吹仪上，氮吹至溶剂全部挥发。用 2ml 甲酸甲醇（色谱纯）溶液（2:98 V/V）复溶氮吹后的多酚类成分，用移液枪反复吹打，置于超声清洗器中，25℃连续超声 2 分钟。复溶液过 0.22μm 滤膜过滤至上样瓶中；准备 HPLC 检测。

A. 2. 4. 2 测定

取 20μL 样品溶液，按下述色谱条件进行分析：色谱柱：Kinetex C18(150×4.6 mm, 5 μ m)；

流动相：A 相水（含 2%乙酸），B 相甲醇（含 2%乙酸）；

流 速：0.65ml/min；

检测波长：280nm；

温 度：35℃；

梯度洗脱程序：0-11min, 9%-14% B；11-14min, 14%-15% B；14-17min, 15% B；17-24min, 15%-16% B；24-28min, 16%-17% B；28-30min, 17%-22% B；30-38min, 22%-25% B；38-41min, 25%-30% B；41-46min, 30%-33% B；46-55min, 33% B；55-60min, 33%-34% B；60-70min, 34%-36% B；70-80min, 36%-40% B；80-90min, 40%-75%

A. 2. 4. 3 标准指纹图谱

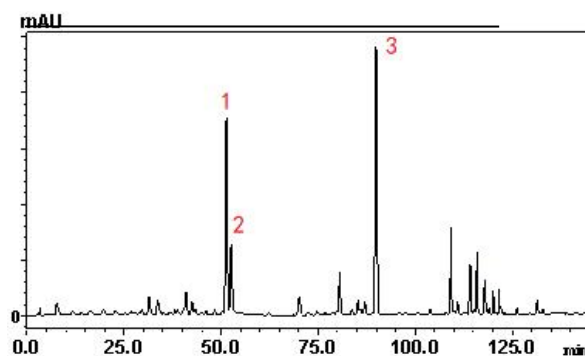


图 1 枸杞蜂蜜的高效液相标准指纹图谱

注：1.红花菜豆酸；2.花旗松素；3.顺反式脱落酸

