

- 蜂产品品质检验
- 蜂产品转基因和过敏原检验
- 蜂产品中兽药残留检测
- 蜂产品中农药残留检测
- 蜂产品掺假检测技术

蜂产品检测 技术指南

张 睿 主 编



蜂产品检测 技术指南



张 睿 主 编

 南京大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

蜂产品检测技术指南 / 张睿主编. —南京: 南京大学出版社, 2013. 11
ISBN 978-7-305-12183-8
I. ①蜂… II. ①张… III. ①蜂产品—食品检验—指南 IV. ①S896.8-62
中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 210267 号

出版发行 南京大学出版社
社 址 南京市汉口路 22 号 邮 编 210093
网 址 <http://www.NjupCo.com>
出 版 人 左 健

书 名 蜂产品检测技术指南
主 编 张 睿
责任编辑 周文婷 荣卫红 编辑热线 025-83593963

照 排 南京紫藤制版印务中心
印 刷 南京京新印刷厂
开 本 787×960 1/16 印张 19 字数 321 千
版 次 2013 年 11 月第 1 版 2013 年 11 月第 1 次印刷
ISBN 978-7-305-12183-8
定 价 40.00 元

发行热线 025-83685951
电子邮箱 Press@NjupCo.com
Sales@NjupCo.com(市场部)

-
- * 版权所有, 侵权必究
 - * 凡购买南大版图书, 如有印装质量问题, 请与所购图书销售部门联系调换

《蜂产品检测技术指南》

编 委 会

主 任	王 伟				
副 主 任	蒋 原	陶宏锦			
委 员	于文军	王 东	梁 均	张 义	
	陈忘名	唐 政	吴新华	蔡宝亮	
	李 浩	柯家法	周 昕		

主 编	张 睿				
副 主 编	丁 涛	沈崇钰	吴 斌	张常印	
	孙国防	王文洋			
编写人员	陈惠兰	陈光哲	陈 磊	陈 雷	黄 娟
	柳 菡	林 宏	王 艳	费晓庆	蒋鲁岩
	封 振	陆慧媛	栾 军	祝长青	许 蔚
	张晓燕	刘 艳	殷 耀	杨雯荃	桂茜雯
	余可垚	刘书强	于思然	赵增运	钱志娟
	马 昕	王小晋	郭桂萍	周 毅	王毅谦
	冯 民	邵景东	刘一军	徐瑞平	陆晓玲
	吕 辰	夏广辉	龚玉霞	沈伟健	

中国是世界第一养蜂大国,年产蜂蜜约 20 万吨、蜂王浆约 1 000 吨,蜂胶约 400 吨,年创汇 1 亿多美元,蜂群数量和主要蜂产品产量均居世界第一,蜂产品是我国农业中名副其实的出口创汇型产业。然而中国蜂产品近十年来却一直存在诸多质量安全隐患,其中最为突出的两个问题是有害物质残留和掺假使假。

从 2002 年开始,欧盟、日本、美国等发达国家和地区纷纷对中国出口蜂蜜发难,抗生素残留技术壁垒的出现导致中国蜂产品每年出口损失达数千万美元。该现象背后不仅揭示出中国蜂产品质量上客观存在的问题,更暴露出中国在相关标准检测方法上的严重缺失,导致监管无据可依。近几年来,随着中央电视台等主流媒体相继披露一些不法商贩从事蜂蜜和蜂胶掺假的非法活动谋取暴利,中国蜂产品质量安全问题又一次被推上了风口浪尖,掺假鉴别标准方法的缺失成为监管难题,使得大量问题产品肆意流入国内市场甚至流向国际市场,巨大的隐患导致中国整个蜂产品行业岌岌可危。

本书是一本以蜂产品检测技术为核心内容的专著,其具有覆盖范围广、系统性强等特点,从产品角度而言,涉及蜂蜜、蜂王浆、蜂胶、蜂花粉和蜂蜡五大类主要蜂产品;从技术层面来讲,系统介绍了品质鉴定、农兽药残留及转基因过敏原检测方法;为了便于读者了解和掌握蜂产品技术法规的情况,本书还对国内外蜂产品相关标准和法律法规进行了较全面的总结。此外,本书对江苏出入境检验检疫局动植物与食品检测中心近年来所自主研发的掺假鉴别技术进行了详细的介绍,许多内容都是首次公布,具有较强的指导意义。本书为从事蜂产品生产、检测和销售的相关从业人员提供了全面翔实的理论指导和先进实用的检测技术背景内容和信息。本书的出版将为蜂产品企业的规范生产、政府部门的有效监管、技术机构的科技研发提供指南和参考。

前 言

《蜂产品检测技术指南》的编者大多来自国家蜂产品检测重点实验室,有着较丰富的蜂产品检测经验。近年来,江苏出入境检验检疫局国家蜂产品检测重点实验室先后主持了国家重点科技攻关、省部级科技攻关计划4项,制定并修订了20多项蜂产品检测的国家标准、行业标准,为推动中国蜂产品安全做出了应有的贡献。现将多年的研究成果通过这本书奉献给社会,这也是为维护我国食品安全、推动贸易健康发展尽一份责任和义务。

本书共分为五章,第一章介绍了蜂蜜、蜂王浆、蜂胶、蜂花粉和蜂蜡五种蜂产品的品质鉴定方法;第二章介绍了蜂产品中转基因及过敏原的检测;第三章介绍了蜂产品中有机磷、有机氯、拟除虫菊酯和多农药残留检测技术;第四章介绍了蜂产品中苯胺醇类、磺胺类、喹诺酮类、氨基糖苷类、硝基咪唑类、硝基呋喃类、大环内酯类、内酰胺类和多残留检测分析技术;第五章对蜂蜜、蜂胶和蜂蜡掺假鉴别检测技术进行了介绍。

本书第一章由王艳、费晓庆和陆慧媛编写;第二章由栾军和祝长青编写;第三章由黄娟、许蔚、张晓燕、殷耀、杨雯笙、刘艳、吕辰和丁涛编写;第四章由桂茜雯、余可垚、沈伟健、龚玉霞、柳菡和夏光辉编写;第五章由丁涛、陈磊和陆慧媛编写。本书在编写过程中参考了大量国内外蜂产品相关标准和有关专家学者的相关论著、文献,在此谨表谢意。本书编写工作同时得到了赛默飞世尔科技有限公司、南京嘉瑞保健食品有限公司的帮助,本书编委会致以衷心的感谢。

由于时间和水平所限,本书内容难免有不妥和遗漏之处,恳请广大读者予以指正为盼。

编著者
2013年3月于南京

本书部分内容源自以下课题和标准

国家质量监督检验检疫总局课题

1. 蜂胶指纹图谱数据的建立和药物残留测定方法研究 2012IK167
2. 蜂蜜中有证实物标样的制备、评价体系的建立及在实验室检测体系中的应用 2011IK218

3. 掺假蜂蜜鉴别检测技术的研究 2011IK209

4. 食品中同位素溯源特征物质与掺假研究 2011IK212

江苏出入境检验检疫局课题

1. 新西兰进口 Manuka 蜂蜜质量评价体系研究 2013KJ40

2. 蜂蜜中外源性 γ -淀粉酶的测定 2011KJ40

国家标准

1. GB/T 23412—2009 蜂蜜中 19 种喹诺酮类残留检测方法 液相色谱-串联质谱方法

2. GB/T 23411—2009 蜂王浆中 17 种喹诺酮类残留检测方法 液相色谱-串联质谱方法

3. GB/T 23408—2009 蜂蜜中大环内酯药物残留量的测定方法 液相色谱-串联质谱法

4. GB/T 23407—2009 蜂王浆中硝基咪唑类残留检测方法 液相色谱-串联质谱方法

5. GB/T 23409—2009 蜂王浆中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定方法 液相色谱-串联质谱法

6. GB/T 23869—2009 花粉中总汞测定方法

7. GB/T 23870—2009 蜂胶中铅的测定方法

目 录

序	1
前言	1
第一章 蜂产品品质检验	1
第一节 蜂蜜品质检验	1
第二节 蜂王浆品质检验	29
第三节 蜂胶品质检验	35
第四节 蜂花粉品质检验	42
第五节 蜂蜡品质检验	58
第二章 蜂产品中转基因和过敏原检验	70
第一节 蜂蜜中的转基因成分检测	70
第二节 蜂蜜的过敏原检测	78
第三章 蜂产品中兽药残留检测	85
第一节 蜂产品中苯胺醇类药物残留的测定	86
第二节 蜂产品中四环素族残留分析	98
第三节 蜂产品中氨基糖苷类残留分析	111
第四节 蜂产品中硝基呋喃类残留分析	130
第五节 蜂产品中内酰胺类药物残留分析	137
第六节 蜂产品中硝基咪唑类药物残留分析	149
第七节 蜂产品中喹诺酮类药物残留分析	155
第八节 蜂产品中磺胺类药物残留分析	167
第九节 蜂产品中四环素类及林可胺类药物残留分析	178
第十节 蜂产品中多残留分析	185

第四章 蜂产品中农药残留检测	199
第一节 蜂产品中农药残留简介	199
第二节 蜂产品中有机磷残留分析	203
第三节 蜂产品中有机氯残留分析	211
第四节 蜂产品中拟除虫菊酯残留分析	222
第五节 蜂产品中农药多残留分析	228
第五章 蜂产品掺假检测技术	247
第一节 蜂蜜掺假检测技术	247
第二节 蜂胶掺假鉴别检测技术	260
第三节 蜂蜡的掺假检测技术	272
附录 A 现行中国蜂产品标准	276
附录 B 蜂产品国内外相关法律法规	286

第一章 蜂产品品质检验

第一节 蜂蜜品质检验

蜂蜜成分复杂,营养丰富,是人类古老而传统的天然营养保健品和医疗药品。据考证,我国早在四千年前的殷商甲骨文中,已有“蜜”字的记载,可见古人很早就已经知道利用蜂蜜了。公元前3世纪到公元3世纪,我国医学经典著作《神农本草经》中把蜂蜜列为上品——“味甘无毒,主治心腹邪气……”明代医学家李时珍在他的《本草纲目》中记载了蜂蜜入药“益气补中、止痛解毒,除众病和百药,久服强志身,不饥不老延年……”,并指出蜂蜜在医学中有着广泛的应用,如能治疗外伤、消化道溃疡、皮肤溃疡、口部和眼部疾病等。

蜂蜜作为一种由蜜蜂采集植物的花蜜或者分泌物经自身含有的特殊物质进行充分酿造而成的甜味物质,含有糖类、水分、矿物质、维生素、蛋白质、氨基酸、乙酰胆碱、生物类黄酮等180余种不同物质。因此蜂蜜具有独特的食疗保健功效。目前,蜂蜜质量评价的指标主要围绕蜂蜜的成分。无论是国内还是国外,基本体现在对感官指标和理化指标等评价上,也就形成了相关的检测技术,而蜂蜜的安全卫生指标检测在蜂蜜的产品质量控制中也是非常重要的。我国一直是蜂产品出口大国,但蜂蜜质量参差不齐,国内蜂蜜掺假现象也较严重。检测技术的落后严重影响到蜂蜜产品的质量安全和食用安全性。因此,加强蜂蜜的检验和新型检测技术的研究具有重要意义。

我国为保证蜂蜜的品质,对其感官检验、主成分测定等都颁布了相应的检测方法。

一、感官检验

蜂蜜的感官检验,就是凭借人的视觉、嗅觉、味觉和触觉等感官,对蜂蜜的色、香、味、性状、纯度和黏稠度进行感官体验,初步地定性鉴别蜂蜜的真伪优劣。它是蜂蜜质检工作的突破口,也是至关重要的第一步,更是蜂蜜消费者应具有常识。

(一) 色泽的鉴别

蜂蜜色泽,通常指蜂蜜的颜色和光泽。蜂蜜色泽的深浅取决于蜜中含有植物色素和有色矿物质的多少,主要成分如胡萝卜素、叶绿素及其衍生物、叶黄素、花色甙、聚焦糖和铁、钙、铜、镁等,这些成分的含量又受植物种类及其生长环境的影响。此外,一些人为因素如阳光暴晒、加热过度、储存期过长等都会使蜜色有不同程度的加深。按色泽深浅分为水白色(几乎无色)、白色、特浅琥珀色、浅琥珀色、琥珀色和深色(暗褐色)。蜜色浅淡色为佳,如刺槐蜜、荆条蜜、椴树蜜、紫云英蜜等蜜种。

进行蜂蜜色泽的感官鉴别时,可取样品于比色管内,在白色背景下借散射光线进行观察。用卜方特比色计比色,按表 1.1 进行分级。常见单一花种蜂蜜的色泽见附录 A。一般优等呈白色、淡黄色到琥珀色,蜜质亮而有光泽。不同的蜜源性植物有不同的颜色:油菜花蜜色淡黄,紫云英蜜白色带淡黄,柑橘蜜浅黄色,荔枝蜜浅黄色,龙眼蜜琥珀色,枇杷蜜浅白色,棉花蜜浅琥珀色。次等蜂蜜一般色泽变深、变暗为琥珀色,如乌桕蜜。

表 1.1 蜂蜜色泽分级范围

色泽名称	卜方特比色计色值(mm)	色泽名称	卜方特比色计色值(mm)
水白色	8 以下	浅琥珀色	85 以下
特白色	16 以下	琥珀色	114 以下
白色	34 以下	深色	140 以下
特浅琥珀	50 以下		

(二) 滋味和气味的鉴别

1. 滋味

蜂蜜的味道,即指蜂蜜的口感,通常表现为甜而微酸的口感和轻微麻辣的喉感。首先是甜味,蜂蜜的甜味是多糖成分的综合表现,根据蜂蜜的花种,不同甜味有鲜洁甜润、一般甘甜和浓浊甜腻之分;其次是蜂蜜的酸味,它由含

量占蜂蜜总量 0.1% 的十几种有机酸和极少量的数种无机酸构成,蜂蜜的正常酸度在 3 以下,最高不超过 4,口感表现为略带酸味;再次是轻微麻辣的喉感,主要由占蜂蜜总量 0.3% 的蛋白质酶类和数种维生素构成。

尝蜜,主要通过舌头和喉部来感觉。舌尖部位味蕾密布,有丰富的味觉细胞。喉部对蜂蜜的刺激味敏感。每次品尝蜂蜜前用纯净水漱口,清除口腔中的异味干扰。每次尝蜜的量约 5 克为宜,太多太少均会影响口感灵敏度。先用舌头感觉蜂蜜的滋味,再用整个口腔感觉,然后徐徐吞下,体验喉部感觉。品种好的蜂蜜,甜润清爽,喉感舒服,刺激适度。每种蜂蜜都有一定的喉感刺激度,掺了高果糖浆和白糖的假蜜,喉感刺激度会减轻。

真蜂蜜口味醇厚,芳香甜润,入口后回味长。假蜂蜜口感甜味单一,没有花香味,有白糖水味。真的蜂蜜服下去,有黏稠糊嘴感,有轻微的淡酸味,喉咙会有一种辛辣的感觉。蜂蜜里一般有一些生物碱,所以会刺激人的喉咙,产生这种辛辣的感觉;而造假的蜂蜜没有这些物质,因此喝下去以后只是一种甜的味道,没有这个感觉,有苦涩味或化学品怪味,无芳香味。真蜂蜜品尝结晶块时,牙咬即酥,含之即化。假蜂蜜仔细品尝结晶块,咀嚼如砂糖,声脆响亮。常见单一花种蜂蜜的滋味见附录 A。

2. 气味

蜂蜜的香味是指本源植物的花香味,它是蜜源植物花瓣或油腺分泌的挥发油或酸类形成的,主要成分是醇及其氧化物、酯、醛、酮和游离酸等。通常可以分为清香、浅香、芳香、浊香和刺激性气味。

进行蜂蜜气味的感官鉴别时,可在室温下打开包装嗅其气味。必要时可取样品于水浴中加热 5 分钟,然后再嗅其气味。假蜂蜜闻起来可能有水果糖或人工香精味,掺有香料的蜜有异常香味,而真蜂蜜气味天然,有淡淡的花香。

优质蜂蜜具有纯正的清香味和各种本类蜜源植物花香味,无任何其他异味。次质蜂蜜香气淡薄。劣质蜂蜜香气很薄或无香气,有发酵味、酒味及其他不良气味。

(三) 状态和杂质的鉴别

蜂蜜的性状包括黏滞性、吸水性、结晶性、蜂蜜的比重、色泽、香气、味道、光的折射现象、旋光性等。本节介绍蜂蜜的几个典型物理特性:黏滞性、吸水性和结晶性。

1. 黏滞性

即抗流动性。蜂蜜中的葡萄糖、果糖等糖类和胶状物的存在使蜂蜜具有

很高的黏度,其黏滞性的强弱主要取决于蜂蜜本身含水量的高低。蜂蜜含水量越高,其黏滞性越低,反之,黏滞性越高;其次是受温度的影响,温度升高,蜂蜜的黏滞性降低,反之,黏滞性上升。黏滞性大的蜂蜜难以从容器中倒出来,或难以从巢脾中分离出来,加工时延迟过滤和澄清速率,气泡和杂质不易清除。所以,在生产加工时适当加热是十分必要的。

2. 吸水性

吸水性是指一种物质从空气中吸取水分的能力,一般以这种物质的含水量和空气的相对湿度保持平衡、不增不减来表示。蜂蜜具有吸水性,其吸水性大小取决于蜂蜜本身水分和糖分的含量。以三叶草为例,当蜂蜜中的水分含量为 17.4% 时,其对应平衡的相对湿度为 58%。

3. 结晶性

结晶是指溶质自动从过饱和溶液中析出,形成新相的过程。蜂蜜是葡萄糖的饱和溶液,结晶是蜂蜜又一重要的物理特性。刚分离的蜂蜜,看起来是澄清透明的,但如果在显微镜下观察,就可以发现蜂蜜中含有许多葡萄糖的小晶核。在适宜的条件下,这些小的葡萄糖结晶核会不断增加、长大,形成结晶粒,缓缓下沉,这时蜂蜜就会由朦胧状态变成浑浊状态,不像刚从蜂巢中分离出来的那样透明或半透明。在环境温度为 $13^{\circ}\text{C} \sim 14^{\circ}\text{C}$ 时,能加速结晶过程。另外,当蜂蜜中含有几乎与葡萄糖等量的果糖以及糊精等胶体物质时,这些物质十分黏稠,则能推迟蜂蜜的结晶过程,使蜂蜜较其他饱和溶液更稳定。影响蜂蜜结晶的主要因素有温度、果葡比、蜜源、水分含量等。

蜂蜜结晶是一种物理现象,结晶后的蜂蜜从液态变为固态,颜色由深变浅,但其营养成分没有发生变化。结晶后的蜂蜜不易变质,易于贮藏和运输,但不利于加工与销售,并且影响其商品性。

(1) 蜂蜜结晶速度与温度的关系

蜂蜜在 $13^{\circ}\text{C} \sim 14^{\circ}\text{C}$ 时,最容易结晶,若低于此温度,虽然葡萄糖的过饱和程度加大,但由于蜂蜜中果糖、麦芽糖、糊精、胶状体物质等在低温下的黏滞度和密度大大提高,从而降低和阻碍结晶核的运动、扩散作用,结晶反而迟缓。若高于此温度,蜂蜜的黏滞度虽然降低了,但是葡萄糖的溶解度却提高了,从而缩小了溶液的过饱和程度,也使结晶变慢,甚至使结晶融化。

(2) 含水量与蜂蜜结晶速率

不成熟的蜂蜜由于含水量高(一般超过 26%),过饱和程度低,结晶速率变慢,有的不能全部结晶,由于蜂蜜的黏滞度小,结晶的葡萄糖沉到容器底

部,其他稀薄的糖液浮在上层,成为液、固两相,即半结晶状态。这种增结晶的蜂蜜中结晶的那部分葡萄糖只含 9.1% 的水分,其他未结晶部分的含水量就相应增高。同一花种的蜂蜜,其含水量低的结晶快,含水量高的结晶慢,甚至不结晶。

(3) 不同蜜源的蜂蜜,结晶的速率、程度和形态

一般葡萄糖、蔗糖和松三糖含量较高的蜂蜜容易结晶,如油菜蜜、棉花蜜、葵花蜜、野坝子蜜、鸭脚木蜜以及一些甘露蜜等。而含果糖、麦芽糖、糊精和胶体物质较多的蜂蜜则不易结晶,甚至永远不会结晶。如纯度较高的刺槐蜜、枣花蜜、党参蜜等。

(4) 蜂蜜结晶的形态

蜂蜜结晶的形态有油脂状、细粒状、粗粒状之分。若结晶核的数量多且密集,在形成结晶的过程中很快地全面展开,就形成了油脂状;若结晶核稍少,结晶又快,就形成细粒状;若结晶核的数量少,结晶又慢时,每个结晶核都有足够的葡萄糖分子使其成分起来,这样就能形成粗粒状或块状结晶。不同品种蜂蜜的结晶尽管有各种各样的形态,但都不会影响其内在质量,只是物理性状不同而已。

(5) 结晶的形成

引起和形成蜂蜜结晶的主要因素是蜂蜜中的葡萄糖、蔗糖、松三糖等,它们是以固体溶解后存在于蜂蜜中的。蜂蜜又是由多种糖混合组成的过饱和溶液,当这些固体溶质的糖比量超过其他液态糖的一定比率,以及超过蜂蜜中所含水分的溶解度时,在一定的条件下(温度),结晶即很快产生。蜂蜜的结晶主要取决于葡萄糖和果糖之间的比量,也可以说是葡萄糖所占还原糖的百分比例。一般来说,当葡萄糖含量与果糖含量相等(1:1),结晶缓慢;当比例为 1:1.2 时,一般不出现结晶;当比例为 1:0.9 时,结晶很快出现。

对蜂蜜进行状态和杂质鉴别时,可取样品置于白色背景下借散射光线进行观察,并注意有无沉淀物及杂质。也可将蜂蜜加 5 倍蒸馏水稀释,溶解后静置 12~24 h,然后离心观察有无沉淀及沉淀物的性质。此外可用木筷挑起蜂蜜观察其黏稠度。

良质蜂蜜常温下为黏稠、透明或半透明的胶状流体,温度较低时可发生结晶,无沉淀和杂质,用木筷挑起后可拉起柔韧的长丝,断后断头回缩并形成下粗上细的叠塔状,并慢慢消失。次质蜂蜜常温下较稀薄,有沉淀物及杂质(死蜂、残肢、幼虫、蜡屑等),不透明,用木筷挑起后呈糊状并自然下沉,不会

形成塔状物。劣质蜂蜜表面出现泡沫,蜜液混浊不透明。

此外,通过观察蜂蜜表面是否有较大的气泡或搅动后是否出现气泡层可判断蜂蜜质量,如有较大的气泡、搅动后出现气泡层或打开蜜桶盖后,蜜瓶盖出现泡沫膨胀、溢出,则表明这种蜂蜜浓度较低,且已经发酵,质量在变坏,但有些蜂蜜(如新鲜的洋槐蜜、龙眼蜜、紫云英蜜、野桂花蜜)除外,因为其表面本身就会产生一层自然的细沫。观察蜂蜜中含有的花粉团粒和颜色差别,也可帮助判定这种蜂蜜的品种及是否为混合蜜。

二、主成分测定

蜂蜜感官特征易受加工、贮存、结晶等因素影响,且不同种蜂蜜中的主要成分含量差异不显著,传统方法难以辨别蜂蜜品种,容易造成蜂蜜市场价格混乱,品种标识混淆;此外一些掺假蜂蜜的颜色、黏稠度、口感等与真蜂蜜相似或差别不明显,在感官上难以鉴定,常规指标值符合标准,因此掺假蜂蜜很容易以假乱真、以次充好。在有些地区假蜜销售量甚至超过真蜜,严重扰乱了正常的市场秩序。尤其是近几年来蜂蜜掺假内幕被屡屡曝光,部分蜂农、经销商、企业为了获得更大利益,降低生产成本,利用各种手段,在蜂蜜中掺入外来物质冒充真实蜂蜜蒙骗消费者。国内蜂蜜造假甚至已出现了规模化、市场化和专业化趋势,由于成本低、利润高、差价大,造假厂家以高额回扣等不正当手段将假蜜卖进商场、超市。还有不法商贩将不合格蜂蜜、未成熟蜂蜜、垃圾蜂蜜、掺假蜂蜜混合在一起高温浓缩,制成“高浓度”蜂蜜,再掺进果糖和硫酸,可使其在很低温度下也不结晶。综上所述,真假蜂蜜鉴定需要借助蜂蜜成分指标的理化检测。

(一) 水分的测定

水分是指蜂蜜中所含的自然水分,即蜜蜂在酿制过程中保留在蜂蜜中的水分。水分含量的高低代表蜂蜜的成熟程度,可影响蜂蜜的耐藏性、结晶和稠度。水分含量高,表明蜂蜜成熟度不够,易发酵变质;水分含量低,则表明成熟度高,酵母菌等微生物的生长与繁殖受抑制,不易发生变质。通常蜂蜜中水分含量为12%~27%,平均含量为18%;含水量22%以上的蜂蜜,其有效成分明显减少,容易发酵变质,不宜久贮。

蜂蜜中水分的测定主要有折光法、甲苯法、烘干法、电导法。与甲苯法、烘干法相比,电导法测定速度更快,而且节省试剂。但实验室较常用的方法为SN/T 0852—2000中3.4规定的方法,该方法采用蒸馏水对仪器进行校正

后,用阿贝折光计与超级恒温器检测 40℃时样品的折光指数。

未结晶的样品,用力搅拌均匀。有结晶析出的样品,将样品瓶盖塞紧,置不超过 60℃的水浴中温热,待样品全部融化后,搅匀,迅速冷却至室温以备检验(融化时须防止水分侵入)。测定羟甲基糠醛或酶值的试样应直接混合称样。

将阿贝折光计与超级恒温器连接,并调节超级恒温器至所需温度。在测定样品前,用新鲜的蒸馏水按表 1.2 校正折光计的折光指数。具体操作如下:将通过折光计的水流温度调为 40℃,分开折光计两面棱镜,用脱脂棉蒸馏水拭净(必要时可蘸二甲苯或乙醚拭净),再用干净的脱脂棉或擦净纸拭干。待棱镜完全干燥后,用玻璃棒蘸取蒸馏水 1~2 滴,滴于下面的棱镜上,迅速闭合并对准光源,由目镜观察。旋转手柄,使标尺上的折光指数恰好为 40℃时水的折光指数,观察望远镜内明暗分界线是否在接物镜十字线中间。若有偏差,则用附件方孔调节扳手转动示值调节螺丝,使明暗分界线调到中央。调节完毕后,在测定样品时,不允许再转动调节好的螺钉。

表 1.2 蒸馏水折光指数

温度(℃)	折光指数	温度(℃)	折光指数
14	1.333 4	25	1.332 5
16	1.333 3	26	1.332 4
18	1.333 2	28	1.332 2
20	1.333 0	30	1.331 9
22	1.332 8	38	1.330 8
24	1.332 6	40	1.330 5

折光计校正好后,用玻璃棒蘸取混合均匀的试样 1~2 滴,滴于下面的棱镜上,迅速闭合,静置数秒钟,以待样品达到 40℃。对准光源,由目镜观察,转动补偿器螺旋,使明暗分界线清晰;转动标尺指示针螺旋,使其明暗分界线恰好通过接物镜上十字线的交点,读取标尺上的折光指数,同时核对温度,应恰为 40℃。

水分结果按式(1)计算:

$$X = 100 - [78 + 390.7(n - 1.4768)] \quad (1)$$

式中 X ——试样中的水分含量,%;

n ——试样在 40℃时的折光指数。

平行试验的允许误差为 0.2%。

(二) 糖的测定

蜂蜜的主要成分是糖类,约占 65%~80%,水分占 16%~25%,蜂蜜中的糖类主要是果糖和葡萄糖,它们都是单糖,人体可直接吸收。此外,还含有少量的蔗糖(含量不超过 5%)、麦芽糖、 α -海藻糖、龙胆二糖、昆布二糖、松三糖、麦芽三糖、糊精等。

1. 蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖含量的同时测定

(1) 高效液相色谱-示差折光法(国家标准方法)

蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖含量的测定采用 GB/T 18932—2003 法。方法检出限:果糖、葡萄糖、麦芽糖为 0.5%,蔗糖为 0.2%。该方法用水溶解试样,经乙腈定容后,过 0.45 μm 滤膜,液相色谱示差折光检测器测定,外标法定量。

林长钦等对国家标准方法进行了改进,采用纯水对蜂蜜进行溶解,同样能达到测定蜂蜜中各种糖类物质含量的目的,且能避免使用剧毒溶剂乙腈对样品进行提取,也避免了蜂蜜在乙腈-水混合液中出现分层、溶解不完全等现象,安全快捷,经济简便。该方法处理得到的样品溶液稳定性高,测试结果的重现性好,加标回收率为 98.9%~102.9%,相对偏差 0%~2.42%。该方法是测定蜂蜜中糖类含量的一种简便、安全、快捷的方法。

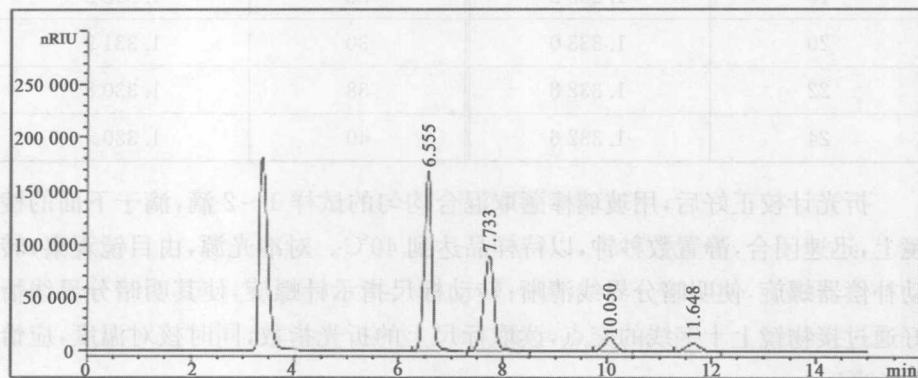


图 1.1 果糖、葡萄糖、蔗糖和麦芽糖色谱图

(2) 高效液相-蒸发光散射法

张英等采用高效液相-蒸发光散射法测定蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖的含量,从而判断蜂蜜中的糖是否符合国家标准,有无掺假。该方法可检