

中华人民共和国中医药行业标准

XX/XXX-XXXX

蜜炙百合所用炼蜜国家辅料质量标准编制说明

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

目次

1	工作简况说明	1
1.1	任务来源	1
1.2	背景和意义	1
1.3	起草和协作单位	1
1.4	标准主要起草人及其任务分工	1
1.5	主要工作过程	1
2	标准编制原则	1
3	标准的主要技术指标确定依据与说明	2
3.1	样品采集	2
3.2	炼制工艺初步研究与检测	2
3.2.1	炼蜜样品的制备	2
3.2.2	样品检测方法	2
3.2.3	检测结果	2
3.2.4	数据分析	3
3.2.5	结果讨论	4
3.3	炼蜜工艺补充研究与检测	4
3.3.2	蜜百合多糖含量的预检测—蒽铜硫酸法	4
3.3.1	样品制备	4
3.3.3	检测结果	4
3.3.4	结果讨论	4
3.3.5	初步结论	4
3.4	适用性验证	5
3.5	中试验证	5
3.5.1	样品制备	5
3.5.2	样品检测	5
3.6	结论	5
3.6.1	炼蜜工艺	6
3.6.2	工艺控制指标	6
3.6.3	炼蜜质量标准	6
4	采标程度	6
5	与现行法律、法规、标准的关系	6
6	重大分歧意见的处理经过和依据	6
7	标准等级推荐建议	6
8	其他需要说明的事项	6
	参考文献	7
	附录A（图表）样品采集	7
	附录B（图表）炼蜜工艺初步研究与检测	23
	附录C（图表）炼蜜工艺补充研究与检测	27
	附录D（图表）适用性验证	43
	附录E（图表）中试验证	44

蜜炙百合所用炼蜜国家辅料质量标准编制说明

1 工作简况说明

1.1 任务来源

药圣堂（湖南）制药有限公司联合湖南中医药大学、新邵县常春藤中药材种植专业合作社于2015年向国家发改委、国家中医药管理局申报了国家中药标准化项目“玄参等2种中药标准化项目”。2016年7月，湖南省发展与改革委员会以湘发改投资〔2016〕609号《关于转发下达新兴产业重大工程包（产业创新能力工程）科目2016年第二批中央预算内投资计划的通知》文正式将该项目批准立项。

1.2 背景和意义

蜂蜜必须要经过炼制后方可作为中药辅料使用。据资料显示中国药典及各省市炮制规范还没有明确规定具体炼制工艺和炼蜜的质量标准。本研究根据文献查询结果并结合工厂实际生产情况入手，通过炼蜜工艺、百合蜜炙、工艺验证和质量标准建立等四个方面对炮制辅料炼蜜进行了系统的研究，探索炼蜜标准，优化炼蜜工艺，从而使炼蜜标准化。

1.3 起草和协作单位

（1）起草单位

药圣堂（湖南）制药有限公司：负责前期市场、文献调研，制定研究方案；市场上蜂蜜、蜜百合饮片样品的收集；开展具体实验研究及标准申报工作。

（2）协作单位

湖南中医药大学：对其技术研究部分进行协助与指导。

龙山县和顺百合农民专业合作社：协助市场调研、提供基地样品。

1.4 标准主要起草人及其任务分工

见附表2。

1.5 主要工作过程

（1）前期准备

为作好标准编制工作，药圣堂（湖南）制药有限公司联合湖南中医药大学、龙山县和顺百合农民专业合作社联合社于2016年7月成立了标准编制工作小组，初步拟定了标准工作方案和工作计划。

（2）调查与实验研究

该标准于2017年开始进入具体实施运行阶段。为使标准制定的更加贴合实际，2017~2018年期间，项目组人员收集了不同品种批次的蜂蜜样品。并对其进行炼蜜工艺的研究及其检测。

（3）草稿过程

标准编制小组于2018年6月形成了《蜜炙百合所用炼蜜国家辅料质量标准（工作组讨论稿）》。

（4）讨论过程

2018年8月项目组组织标准编制小组及参与起草单位相关人员在湖南中医药大学药学院会议室对《工作组讨论稿》进行了讨论与征求意见，综合讨论与征求意见后，参照实验结果，形成湖南省地方标准《蜜炙百合所用炼蜜国家辅料质量标准（草案）》。

2 标准编制原则

本标准遵循GB/T1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》；GB/T20001.2-2001《标准化工作指南 第2部分：采用国际标准的规则》和GB/T20001.4-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》规则编写。还参照相关国家标准编写指南的要求^{[1][9]}。

3 标准的主要技术指标确定依据与说明

3.1 样品采集

随机选取不少于8家蜂蜜生产企业，每家企业采集几批不同种类的蜂蜜，共25批样品，选取其中一批用于炼制工艺和炼蜜质量指标的研究，剩余批次用于验证炼制工艺和炼蜜质量指标的适用性，蜂蜜样品采集情况见附录A（表1）。

3.2 炼制工艺初步研究与检测

3.2.1 炼蜜样品的制备

（1）直火加热法：取蜂蜜约800ml，置敞口烧杯中，在万用电炉上加热，用温度计测量蜂蜜内部温度，在105℃、110℃、112℃、113℃、114℃、115℃、116℃、117℃、118℃、120℃、122℃、124℃各取50ml，共制备12个炼蜜样品，依次编号为1-1，1-2……1-12；放置，晾凉后检测。

（2）减压加热法：分别量取等量的蜂蜜样品12份，每份约30ml（低温时，样品结晶，先将样品密封置于60℃水浴中溶解），置于真空干燥箱中，在60℃，-0.1MPa条件下进行炼制，开始冒泡时计时（保持持续冒泡状态），前两个样品每隔10min取样，后面样品每隔5min取出1份样品，直至12份样品全部取出为止，依次编号为2-1，2-2……2-12。

（3）蒸汽夹层锅加热法：取适量蜂蜜置夹层锅中，蒸汽加热（水蒸汽压力0.1MPa），用温度计测量蜂蜜内部温度，在105℃、110℃、112℃、114℃、115℃、116℃、117℃、118℃、120℃、122℃各取50ml，共制备10个炼蜜样品，依次编号为5-1，5-2……5-10。

3.2.2 样品检测方法

（1）性状：观察炼蜜过程中颜色变化与粘度，有无拉丝现象以及流动性情况，其中炼蜜颜色采用肉眼观察时，主观影响因素比较大，采用吸光度表示炼蜜的颜色，检测结果见表2、表3、表4。

（2）颜色和PH值测定

a) 炼蜜样品的制备：取适量样品，用蒸馏水溶解，制成80mg/ml的炼蜜样品。

b) 测定：颜色的测定是通过炼蜜样品在420nm下的吸光度值来测定；pH值是用pH计测定炼蜜样品得到。

（3）水分的测定：采用中国药典2015版通则0622折光率测定法检测，检测结果见表2、表3、表4。

（4）还原糖（果糖和葡萄糖）、含量比值（果糖/葡萄糖）、5-HMF的含量测定：采用中国药典2015版蜂蜜中还原糖、5-HMF 项下方法检测，检测结果见表2、表3、表4。

（5）Brix：采用手持式糖度计直接检测，检测结果见表2、表3、表4。

3.2.3 检测结果

具体检测结果见附录B（表2、表3、表4）。

3.2.4 数据分析

（1）各项检测指标值变化与检测结果分析，其中变化大小用相对标准偏差（RSD%）表示，各项检测指标值变化值RSD结果见附录B（表5）。

a) 变化分析：①真空加热方式检测指标值除水分变化（RSD值20%以上）较大以外，其他各项指标变化较小（RSD值8%以下），且均符合药典2015版蜂蜜标准，故采用真空炼蜜时由于温度不高对蜂蜜质量影响较小，可用水分值控制炼制程度；②直火加热和蒸汽夹层锅两种加热方式指标变化类似，其中颜色、水分、5-羟甲基糠醛变化较大（RSD值20%以上），其他各项指标变化较小（RSD值8%以下），且均符合药典2015版蜂蜜标准，故采用直火加热或蒸汽夹层锅加热时，可

用颜色、水分、5-羟甲基糠醛值控制炼制程度。

b) 检测结果分析：①采用直火加热和蒸汽夹层锅两种加热方式时，5-羟甲基糠醛大部分结果超出药典蜂蜜标准（不得过0.004%），最大为原蜜的8.44倍，考虑蜜炙百合时炼蜜加入量很少（药典炼蜜量为5%），故5-羟甲基糠醛作为炼蜜质量标准时，限度值为炼蜜与原蜜5-HMF比值不应超过10倍，或不得过0.04%；②pH值、还原糖含量、果糖葡萄糖比值与原蜜比较变化较小，故其作为炼蜜质量标准时，限度值为符合蜂蜜标准；③综合文献及经验，炼蜜分级标准可初步定为嫩蜜（水分：17%~20%，性状：手捻稍有粘性，当两手指分开时无拉丝，流动性好）；中蜜（水分：13%~16%，性状：手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差）；老蜜（水分：<13%，性状：手捻粘性强，当两手指分开时有长白拉丝，流动性很差）；颜色待定（同一种蜂蜜不同加热方式制备的同一级别炼蜜颜色不同）。

（2）各项检测指标相关性分析：各项检测指标均为连续型变量，即定距变量，由于含有多个变量，因此进行的是多个变量间的相关分析，但由于多个变量间的两两相关分析类似于两个变量间的分析，因此本实验选择双变量间的定距分析。

a) 直火加热各项检测指标相关性分析：颜色、水分、Brix、pH、还原糖、5糠醛、温度之间存在极显著的高度线性相关关系（相关系数绝对值 >0.8 ， $P<0.01$ ）；果糖葡萄糖比与pH、还原糖、温度之间存在显著的中等线性相关关系（相关系数绝对值 ≤ 0.8 ， $0.05 < P \leq 0.01$ ），果糖葡萄糖比与颜色、水分、Brix、5糠醛之间存在显著的高度线性相关关系（相关系数绝对值 >0.8 ， $0.05 < P \leq 0.01$ ），直火加热各项检测指标相关性结果见附录C（表6）；

b) 真空加热各项检测指标相关性分析：颜色、水分、Brix、还原糖之间存在极显著的高度线性相关关系（相关系数绝对值 >0.8 ， $P<0.01$ ）；pH与颜色、水分、Brix、还原糖、果糖葡萄糖比之间的相关性并不显著（ $P>0.05$ ）；果糖葡萄糖比与颜色、水分、Brix、pH、还原糖之间的相关性并不显著（ $P>0.05$ ），真空加热各项检测指标相关性结果见附录C（表7）；
分析原因：真空加热温度低（不超过80℃）对蜂蜜质量影响很小，故颜色、pH、果糖葡萄糖比、5糠醛变化很小，其中5糠醛变化几乎无。

c) 蒸汽夹层锅加热各项检测指标相关性分析：颜色、水分、Brix、pH、5糠醛、温度之间存在极显著的高度线性相关关系（相关系数绝对值 >0.8 ， $P<0.01$ ）；还原糖与颜色、水分、Brix、pH、果糖葡萄糖比、温度之间的相关性并不显著（ $P>0.05$ ）；果糖葡萄糖比与颜色、水分、Brix、pH、还原糖、温度之间的相关性并不显著（ $P>0.05$ ），蒸汽夹层锅加热各项检测指标相关性结果见附录C（表8）；

（3）直火加热与蒸汽夹层锅加热各项检测指标变化趋势分析

直火、夹层锅炼蜜还原糖变化趋势分析1：随着炼蜜温度的升高，还原糖含量为增加趋势，且夹层锅炼蜜还原糖增加趋势明显高于直火加热。具体趋势图见附录C（图1）。

直火、夹层锅炼蜜果糖葡萄糖比值变化趋势分析2：随着炼蜜温度的升高，果糖葡萄糖比值为减少趋势，且夹层锅炼蜜果糖葡萄糖比值减少趋势稍低于直火加热，差异不明显。具体趋势图见附录C（图2）。

直火、夹层锅炼蜜5-HMF变化趋势分析3：随着炼蜜温度的升高，5-HMF含量为增加趋势，夹层锅与直火炼蜜5-HMF增加趋势差异不明显。具体趋势图见附录C（图3）。

直火、夹层锅炼蜜水分变化趋势分析4：随着炼蜜温度的升高，水分为减少趋势，且夹层锅炼蜜水分减少趋势高于直火加热，且118℃以下炼蜜水分减少趋势比较平稳。具体趋势图见附录C（图4）。

直火、夹层锅炼蜜Brix变化趋势分析5：随着炼蜜温度的升高，Brix值为增加趋势，且夹层锅炼蜜Brix增加趋势稍高于直火加热，差异不明显，且118℃以下炼蜜Brix增加趋势比较平稳。具体趋势图见附录C（图5）。

直火、夹层锅炼蜜颜色变化趋势分析6：随着炼蜜温度的升高，炼蜜颜色为加深趋势，且夹层锅炼蜜颜色加深趋势稍高于直火加热，差异不明显。具体趋势图见附录C（图6）。

直火、夹层锅炼蜜Ph值变化趋势分析7：随着炼蜜温度的升高，炼蜜酸度为增加趋势（即pH值降低），夹层锅与直火炼蜜酸度增加趋势差异不明显。具体趋势图见附录C（图7）。

3.2.5 结果讨论

（1）炼蜜质量标准确定

性状：嫩蜜（手捻稍有粘性，当两手指分开时无拉丝，流动性好）；中蜜（手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差）；老蜜（手捻粘性强，当两手指分开时有长白拉丝，流动性很差）；颜色待定；

水分：嫩蜜（水分17%~20%）；中蜜（水分13%~16%）；老蜜（水分<13%）；

5-羟甲基糠醛：与原蜜5-HMF比值不应超过10倍，即不得过0.04%；pH值、还原糖含量、果糖葡萄糖含量比的限度值为符合蜂蜜标准；

pH、还原糖（葡萄糖果糖之和）、果糖葡萄糖含量比：符合药典2015版蜂蜜标准。
(2) 炼蜜工艺控制指标确定

分级指标确定依据	初步结论
不同加热方式各项检测指标变化：真空加热采用水分控制炼制程度；直火或夹层锅加热采用水分、颜色、5-羟甲基糠醛控制炼制程度	工艺控制指标： 嫩蜜：Brix 值 76%~80%； 中蜜：Brix 值 81%~85%； 老蜜：Brix 值 ≥85%；
不同加热方式各项检测指标相关性分析：颜色、水分、Brix、5-羟甲基糠醛之间存在极显著的高度线性相关关系	
实际生产情况：测定炼蜜 Brix 操作简单易行，可在工艺过程中同步控制	

备注：表2、表3、表4中阴影部分为中蜜。

- (3) 根据趋势分析1、2、3、4、5、6、7的分析：还原糖增加趋势、水分减少趋势夹层锅炼蜜高于直火→夹层锅加热方式优于直火加热。
- (4) 常压加热过程中5-HMF值随水分的降低不断增加，超过蜂蜜药典标准中的限度值（≤0.004%）；而减压加热过程中随水分的降低5-HMF值基本不变，符合蜂蜜药典标准中的限度值（≤0.004%）→减压加热方式优于常压加热。
- (5) 考虑真空炼蜜的设备成本高，且蜜炙百合时炼蜜加入量很少（药典炼蜜量为5%），后续实验中分别采用夹层锅与真空炼制的炼蜜制备蜜百合样品，观察蜜百合的性状（光泽度与粘性），检测蜜百合多糖含量，考察夹层锅与真空两种方式的优劣。

3.3 炼蜜工艺补充研究与检测

3.3.2 蜜百合多糖含量的预检测--蒽酮硫酸法

- ①标准曲线的制备：精密称取50mg无水葡萄糖对照品，至50ml容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度。精密量取对照品溶液2.0、2.5、3.0、3.5、4.0ml分别置于50ml容量瓶中，加水至刻度，摇匀。精密量取上述各溶液1ml至具塞试管中，分别加0.2%蒽酮-硫酸溶液4.0ml，混匀，迅速置冰水浴中冷却后，置水浴中加热10min，取出，置冰水浴中5min，取出，放冷，以相应试剂为空白，按照紫外-可见分光光度法，在580nm波长处测定吸光度，绘制标准曲线。
- ②供试品溶液的制备：取本品粉末（过四号筛）约1g，精密称定，置锥形瓶中，精密加水100ml，称定重量，加热回流2小时，放冷称重，用水补足减失的重量，离心，精密量取上清液1.5ml，加乙醇7.5ml，摇匀，离心，取沉淀加水溶解，置50ml容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，取1ml作为供试品溶液，后续操作同标准曲线项下。

3.3.1 样品制备

采用初步确定的蜜百合最佳蜜炙工艺制备。

分别取真空、蒸汽夹层锅炼制的嫩蜜、中蜜、老蜜，按4:3的比例配制成炼蜜水，蜜炙百合时炼蜜水加入量为8.75%；取80g百合，先文火炒10分钟，趁热加入7g炼蜜水，拌匀，闷润30min，80℃烘2小时，取出即得。

3.3.3 检测结果

具体检测结果见附录C（表9、表10）。

3.3.4 结果讨论

(1) 从蜜百合性状考察：采用真空与夹层锅炼制的炼蜜(嫩蜜、中蜜、老蜜)，蜜百合外观无太大差别，而采用中蜜制备的蜜百合(光泽度好，不粘手)优于嫩蜜、老蜜——采用中蜜蜜炙百合，且炼蜜颜色对蜜百合性状无影响。蜜百合的外观性状见附录C(图8)。

(2) 从蜜百合多糖含量考察：采用真空与夹层锅炼制的炼蜜，百合多糖含量夹层锅稍优于真空，由于检测方法中样品前处理过程复杂，重复性较差，且两种炼制方式检测结果相差很近，故百合多糖指标仅作为一个参考。

3.3.5 初步结论

(1) 采用中蜜蜜炙百合，中蜜：Brix值81%~85%，手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差。

(2) 真空炼制蜂蜜时，由于温度较低，对蜂蜜性质、成分影响较小(特别是5-HMF值的影响)，但考虑真空炼蜜的设备成本高，现多数厂家采用夹层蒸汽加热方式炼蜜，且蜜炙百合时炼蜜加入量很少(药典炼蜜量为5%)，同时通过检测蜜百合多糖含量比较，夹层锅加热方式稍高于真空加热，综合上述，建议采用常压蒸汽夹层锅炼制。

3.4 适用性验证

3.4.1 样品来源：市场不同厂家不同品种蜂蜜样品，具体信息见附录A(表1)中1~24号样。

3.4.2 炼蜜样品制备：取1kg蜂蜜样品，加热至沸腾(冒连续大泡)，停止加热，余热保持沸腾，用玻璃棒滴一滴炼蜜样品至手持式糖度计上，冷却至20℃左右，测量其Brix值，直至Brix值为82%左右时，取出炼蜜样品。

3.4.3 样品检测

(1) 检测项目：水分、糖度、pH值、还原糖、果糖葡萄糖含量比、5-HMF；

(2) 检测方法：基本同‘炼蜜初步工艺研究与检测’项下方法，其中pH值方法采用中国药典2015版蜂蜜【酸度】项下方法；

(3) 验证指标：炼蜜pH值、还原糖、果糖葡萄糖含量比应符合中国药典2015版蜂蜜标准，炼蜜与原蜜5-HMF比值不应超过10倍，或不得过0.04%，水分应在中蜜13%~16%范围内且手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差，同时比较炼蜜颜色情况；

(4) 检测结果：见附录D(表11)。

(5) 结论

①不同来源不同品种蜂蜜颜色不同，同一条件下制备的炼蜜样品颜色差别也很大，结合炼蜜颜色对蜜百合性状无影响，故炼蜜颜色不作为质量标准指标。不同炼蜜样品颜色区别见附录D(图9)。

②符合验证要求，即采用合格蜂蜜所制备的炼蜜样品的pH值、还原糖、果糖葡萄糖含量比均符合中国药典2015版蜂蜜标准(个别除外)，炼蜜5-HMF值均没有超过0.04%，水分均在中蜜13%~16%范围内，性状均符合要求即手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差，说明采用Brix值81%~85%指标控制蜂蜜炼制程度是可行且合理的。

3.5 中试验证

3.5.1 样品制备

取三批经检验合格的蜂蜜，每批5kg，采用蒸汽夹层锅方式加热至沸腾(冒连续大泡)，停止加热，余热保持沸腾，用玻璃棒滴一滴炼蜜样品至手持式糖度计上，冷却至20℃左右，测量其Brix值，直至Brix值为82%左右时，取出炼蜜样品。

3.5.2 样品检测

(1) 检测项目：水分、糖度、pH值、还原糖、5-HMF；

(2) 检测方法：基本同‘炼蜜初步工艺研究与检测’项下方法，其中pH值方法采用中国药典2015版蜂蜜【酸度】项

下方法；

(3) 验证指标：炼蜜pH值、还原糖、果糖葡萄糖含量比应符合中国药典2015版蜂蜜标准，炼蜜5-HMF值不得过0.04%，水分应在中蜜13%~16%范围内且手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差；

(4) 检测结果：见附录E（表12）。

(5) 结论

符合验证要求，即采用合格蜂蜜所制备的炼蜜中式样品的pH值、还原糖、果糖葡萄糖含量比均符合中国药典2015版蜂蜜标准，炼蜜5-HMF值均没有超过0.04%，水分均在中蜜13%~16%范围内，性状均符合要求即手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差，说明采用Brix值81%~85%指标控制蜂蜜炼制程度是合理的。

3.6 结论

3.6.1 炼蜜工艺

取合格蜂蜜，采用蒸汽夹层锅方式加热至沸腾（冒连续大泡），停止加热，余热保持沸腾，用玻璃棒滴一滴炼蜜样品至手持式糖度计上，冷却至20℃左右，测量其Brix值，直至Brix值为82%左右时，取出炼蜜样品。

3.6.2 工艺控制指标

【Brix值】：81%~85%

3.6.3 炼蜜质量标准

【性状】：手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差。

【酸度】：同药典蜂蜜标准，即取本品10g，加新沸过的冷水，加入酚酞指示液2滴与氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）4ml，应显粉红色，10秒内不消失。

【水分】：方法同药典蜂蜜项下方法，13%~16%。

【5-羟甲基糠醛】：方法同药典蜂蜜项下方法，不得过0.04%。

【含量】：方法同药典蜂蜜项下方法，果糖和葡萄糖的总量不得少于60.0%，果糖与葡萄糖含量比值不得少于1.0。

4 采标程度

无相关国际标准和国外先进标准。

5 与现行法律、法规、标准的关系

本标准与现行法律、法规和强制性标准没有冲突。

6 重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在编写过程中没有重大意见分歧。

7 标准等级推荐建议

建议《蜜炙百合所用炼蜜国家辅料质量标准》作为推荐性中医药行业标准发布实施。

8 其他需要说明的事项

虽然在标准的起草中，工作小组做了大量的调研工作，尽可能的使标准的设置科学合理，但由于工作的局限性，还不

可能是标准做得尽善尽美，为使标准达到各方的统一，尽可能的科学合理，应尽可能的最大范围的征求各方意见。

参考文献

- [1] 、 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则，GB/T1.1-2000。
- [2] 、 标准化工作指南 第2部分：采用国际标准的规则，GB/T20001.2-2001。
- [3] 、 标准编写规则 第4部分：化学分析方法，GB/T20001.4-2001。
- [4] 、 白殿一。标准编写指南，北京：中国标准出版社，2002。
- [5] 、 洪生伟。标准文件编写指南，北京：中国标准出版社，2005。
- [6] 、 国家标准化管理委员会。标准化技术委员会手册，北京：中国标准出版社，2004。
- [7] 、 中国标准化出版第一编辑室。标准化工作导则、指南和编写规则标准汇编，第二版，北京：中国标准出版社，2004。
- [8] 、 赵 燕，段 方，等。量和单位标准手册，北京：中国标准出版社，2000。
- [9] 、 文后参考文献著录规则，GB/T7714-2005。
- [10] 、 蜂蜜在炼制过程中成分变化的初步研究，刘晓秋等人，2000。
- [11] 、 中药辅料炼蜜物理性状参数表征及参数间相关关系分析，吴国瑞等人，2014。
- [12] 、 减压和常压炼蜜对蜂蜜成分的影响，王凤翔等，1988。
- [13] 、 中药蜜丸炼蜜过程中果糖、葡萄糖、5-羟甲基糠醛的热稳定性研究，鲜洁晨等人³，2011。
- [14] 、 中药炮制辅料炼蜜中成分测定及鉴别，李先端等人²，2011。
- [15] 、 炼蜜工艺研究与炼蜜质量标准的探索，罗琨炽等人⁶，2015。
- [16] 、 中国药典2015版，一部，蜂蜜。
- [17] 、 中华人民共和国供销合作行业标准GH/T 18796-2012 蜂蜜。
- [18] 、 文献《蜜百合质量标准研究》殷放宙等，2011年。

附录A（图表）样品采集

表1 蜂蜜样品采集情况表

编号	品名	规格（kg/瓶）	数量（瓶）	总量（kg）	生产厂家	备注
1	枣花蜜	0.5	6	3	河南省佰纯生物科技有限公司	用于适用性验证
2	洋槐蜜	0.5	8	4		
3	百花蜜	0.5	8	4		
4	洋槐花蜜	0.5	4	2	农家	
5	纯山枣花蜜	0.5	4	2		
6	百花蜜	0.5	4	2		
7	浓缩油菜蜜	2	1	2	湖南明园蜂业科技有限公司	
8	浓缩柑桔蜜	2	1	2		
9	浓缩洋槐蜜	2	1	2		
10	浓缩枣花蜜	2	1	2		
11	浓缩枸杞蜜	2	1	2		
12	生态山花原料蜜	2	1	2		
13	生态枣花原料蜜	2	1	2	枞阳县鲍记蜂业有限责任公司	
14	枸杞蜂蜜	0.5	4	2		
15	土蜂蜜	0.5	4	2		
16	枣花蜂蜜	0.5	4	2		
17	椴树蜂蜜	0.58	2	1.16	上海冠生园蜂制品有限公司	
		0.428	2	0.856		
18	蜂蜜（油菜、洋槐、荆条蜂蜜）	0.5	4	2	云南中蜂科技开发有限公司	
19	土蜂蜜	0.5	4	2		
20	益母草蜂蜜	0.5	4	2		
21	天然荆条蜜	0.5	4	2	江苏省镇江市鑫蜂园养蜂专业合作社	
22	枣花蜜	0.5	4	2		
23	洋槐蜜	0.5	4	2		
24	百花蜜	0.5	4	2	衡阳振兴蜂业有限公司	
25	百花蜜	/	/	20		
26	百花蜜	/	/	5		
27	百花蜜	/	/	5		
28	百花蜜	/	/	5		用于中式验证

附录B（图表）炼蜜工艺初步研究与检测

表2 直火加热各项指标测定结果

样品编号	炼蜜温度	性状	颜色 (A ₄₂₀)	水分 (%)	Brix (%)	pH值	还原糖 (果糖+葡)	含量比值 (果糖/葡)	5-HMF (%)
------	------	----	------------------------	--------	----------	-----	------------	-------------	-----------

							葡萄糖),%	葡萄糖)	
原蜜	/	手捻稍有粘性,指无拉丝,流动性好	0.318	21.02	76.5	6.39	64.08	1.12	0.0009
1-1	105℃	手捻稍有粘性,指无拉丝,流动性好	0.349	20.24	77.0	6.37	63.96	1.08	0.0025
1-2	110℃	手捻稍有粘性,指无拉丝,流动性好	0.350	20.16	77.0	6.35	62.90	1.10	0.0030
1-3	112℃	手捻稍有粘性,指无拉丝,流动性好	0.355	20.12	77.4	6.29	62.50	1.08	0.0035
1-4	113℃	手捻稍有粘性,指无拉丝,流动性好	0.379	18.05	78.5	6.19	63.67	1.05	0.0042
1-5	114℃	手捻有粘性,指无拉丝,流动性好	0.412	17.04	79.9	5.94	65.29	1.08	0.0048
1-6	115℃	手捻有粘性,指无拉丝,流动性较差	0.436	16.37	81.2	5.80	64.96	1.07	0.0052
1-7	116℃	手捻有粘性,指无拉丝,流动性较差	0.469	16.02	82.0	5.66	65.97	1.05	0.0056
1-8	117℃	手捻有粘性,指无拉丝,流动性较差	0.495	13.95	83.1	5.53	66.56	1.06	0.0059
1-9	118℃	手捻有粘性,指无拉丝,流动性较差	0.518	13.29	84.0	5.49	66.35	1.05	0.0061
1-10	120℃	手捻有粘性,指无拉丝,流动性很差	0.554	12.47	85.0	5.45	66.27	1.05	0.0065

1-11	122℃	手捻粘性两当分 强，指分开 手时有丝，基 时拉无流动 本无流动	0.608	11.22	86.0	5.42	68.64	1.04	0.0070
1-12	124℃	手捻粘性两当分 强，指分开 手时有丝，基 时拉无流动 本无流动	0.679	9.61	87.0	5.37	69.23	1.04	0.0076

表3 真空加热各项指标测定结果

样品编号	炼蜜时间	性状	颜色 (A_{420})	水分(%)	Brix(%)	pH值	还原糖 (果糖+葡萄糖),%	含量比值 (果糖/葡萄糖)	5-HMF (%)
原蜜	0min	手捻稍有粘性，当分两开时，指无拉丝，流动性好	0.318	21.02	76.5	6.39	64.08	1.12	0.0009
2-1	10min	手捻稍有粘性，当分两开时，指无拉丝，流动性好	0.323	20.20	76.8	6.38	62.53	1.11	0.0009
2-2	20min	手捻稍有粘性，当分两开时，指无拉丝，流动性好	0.334	18.05	78.5	6.13	65.25	1.12	0.0010
2-3	25min	手捻稍有粘性，当分两开时，指无拉丝，流动性好	0.341	17.74	78.6	6.21	/	/	/
2-4	30min	手捻稍有粘性，当分两开时，指无拉丝，流动性好	0.356	17.00	79.6	6.13	72.56	1.11	0.0009
2-5	35min	手捻有粘性，当分两开时，指无拉丝，流动性好	0.361	15.87	81.0	6.06	68.62	1.12	0.0010
2-6	40min	手捻有粘性，当分两开时，指有短拉丝，即断，流动性较差	0.366	15.32	81.5	6.29	68.79	1.09	0.0010
2-7	45min	手捻有粘性，当分两开时，指有短拉丝，即断，流动性较差	0.372	15.24	82.0	6.32	69.70	1.12	0.0010

2-8	50min	手捻有粘性，当分两开拉时，指分短一拉，丝断，流动性较差	0.376	13.91	83.0	6.29	68.55	1.09	0.0010
2-9	55min	手捻粘性，当分两开拉时，指分长白流，丝有流，流动性很差	0.375	11.72	85.1	6.37	70.81	1.11	0.0011
2-10	60min	手捻粘性，当分两开拉时，指分长白流，丝有流，流动性很差	0.381	11.22	85.5	6.28	/	/	/
2-11	65min	手捻粘性，当分两开拉时，指分长白流，丝有流，基动	0.382	10.12	86.5	6.33	73.58	1.09	0.0010
2-12	70min	手捻粘性，当分两开拉时，指分长白流，丝有流，基动	0.387	9.97	86.8	6.24	72.70	1.11	0.0011

备注：水分、糖度值接近的样品，测定还原糖、5-HMF时，只是测一个样品

表4 蒸汽夹层锅加热各项指标测定结果

样品编号	炼蜜温度	性状	颜色 (A_{420})	水分(%)	Brix (%)	pH值	还原糖 (果糖+葡萄糖),%	含量比值 (果糖/葡萄糖)	5-HMF (%)
原蜜	/	手捻稍有粘性，当分两开拉时，指分无流，丝无流，流动性好	0.318	21.02	76.5	6.39	64.08	1.12	0.0009
5-1	105℃	手捻稍有粘性，当分两开拉时，指分无流，丝无流，流动性好	0.361	19.07	78.0	6.31	64.11	1.14	0.0025
5-2	110℃	手捻稍有粘性，当分两开拉时，指分无流，丝无流，流动性好	0.380	18.13	78.6	6.17	64.76	1.35	0.0033
5-3	112℃	手捻稍有粘性，当分两开拉时，指分无流，丝无流，流动性好	0.403	17.27	79.0	6.00	70.82	1.03	0.0042
5-4	114℃	手捻有粘性，当分两开拉时，指分无流，丝无流，流动性好	0.415	17.16	80.0	5.91	66.04	1.10	0.0048

5-5	115℃	手捻有粘性，当分开时，手指无拉丝，流动性好	0.431	16.53	81.0	5.83	66.19	1.12	0.0051
5-6	116℃	手捻有粘性，当分开时，手指有短丝，即断，流动性较差	0.471	15.48	82.0	5.67	68.31	1.11	0.0055
5-7	117℃	手捻有粘性，当分开时，手指有短丝，即断，流动性较差	0.493	14.50	83.0	5.57	66.70	1.08	0.0058
5-8	118℃	手捻有粘性，当分开时，手指有短丝，即断，流动性较差	0.511	14.38	83.5	5.52	65.52	1.08	0.0060
5-9	120℃	手捻粘性很强，当分开时，手指有长丝，流动性很差	0.620	10.01	86.4	5.40	67.90	1.08	0.0065
5-10	122℃	手捻粘性很强，当分开时，手指有长丝，基本无流动	0.715	8.79	88.5	5.26	69.89	1.04	0.0071

表5 各项检测指标值变化值RSD

RSD% 加热方法	颜色 (A ₄₂₀)	水分 (%)	Brix (%)	pH值	还原糖（果糖+葡萄糖）, %	含量比值（果糖/葡萄糖）	5-HMF (%)
真空加热	6.47	23.38	4.37	1.67	5.26	1.13	7.07
直火加热	24.39	24.05	4.56	6.91	3.13	2.28	40.11
蒸汽夹层锅加热	25.12	23.38	4.49	6.41	3.37	7.65	39.35

图1

直火、夹层锅炼蜜还原糖变化趋势图

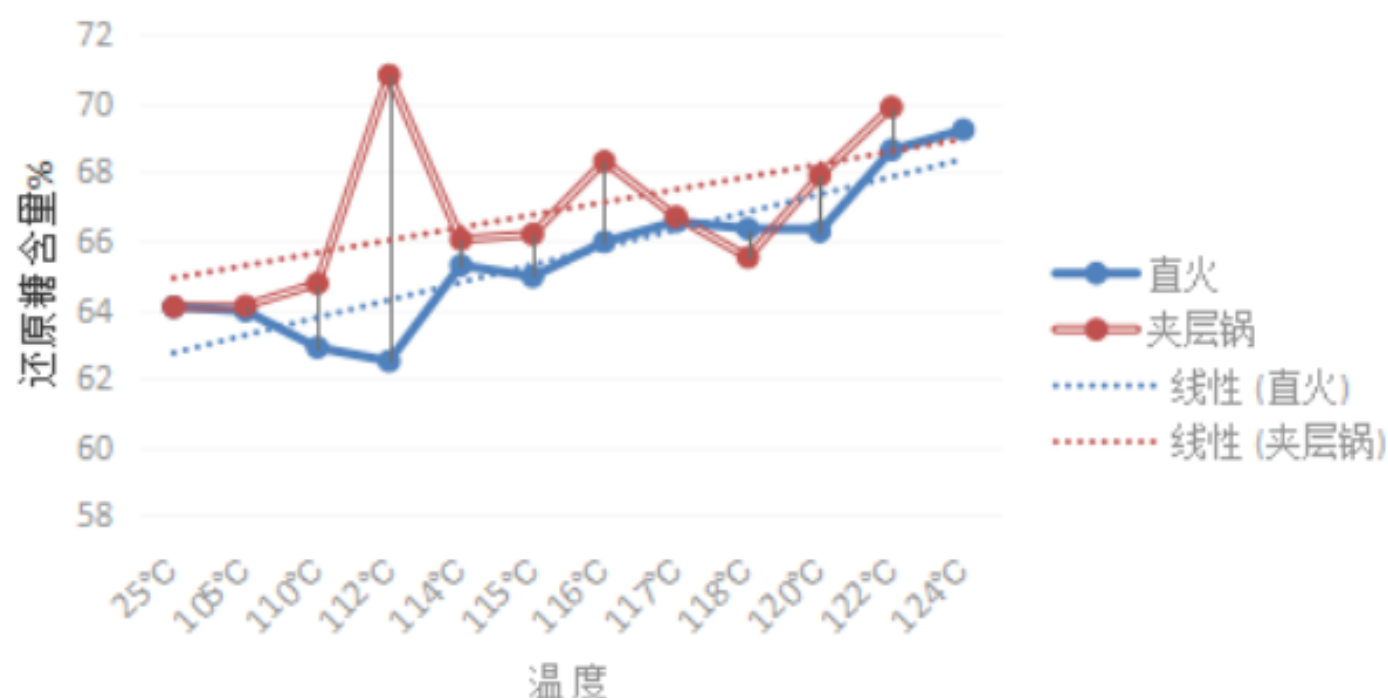


图2

直火、夹层锅炼蜜果糖葡萄糖比值变化趋势图

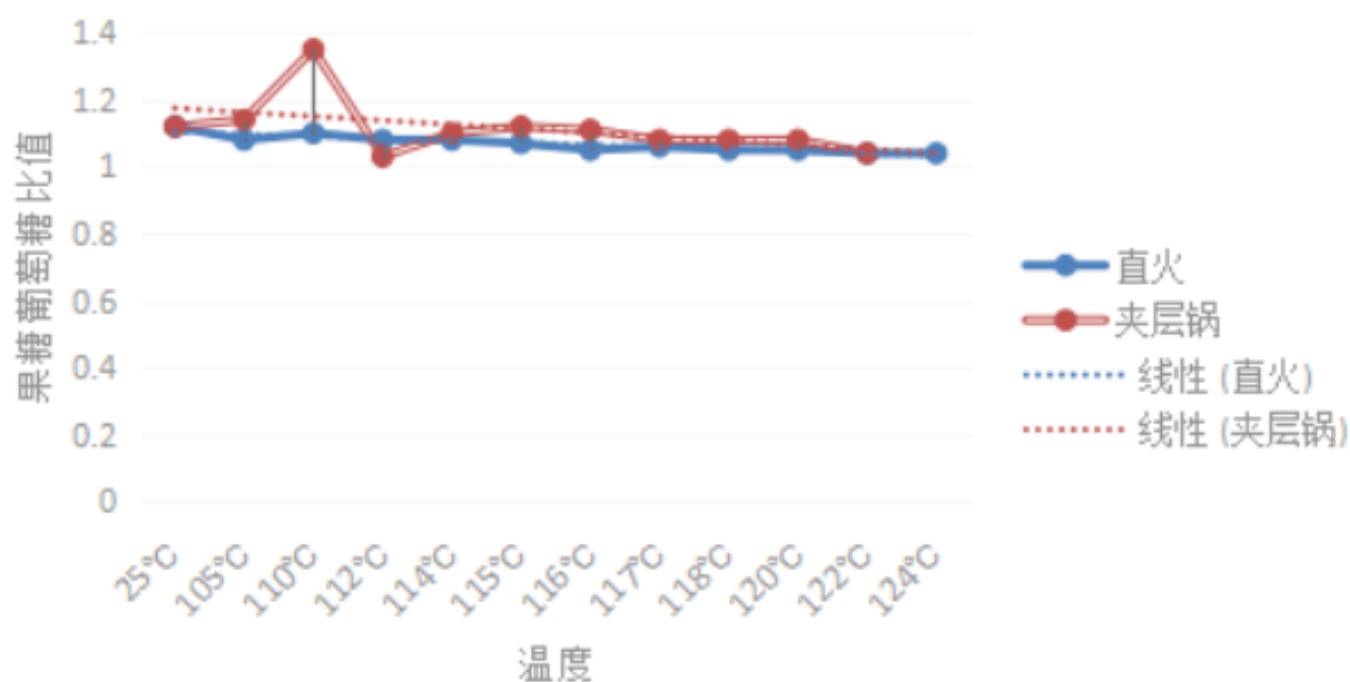


图3

直火、夹层锅炼蜜5-HMF变化趋势图

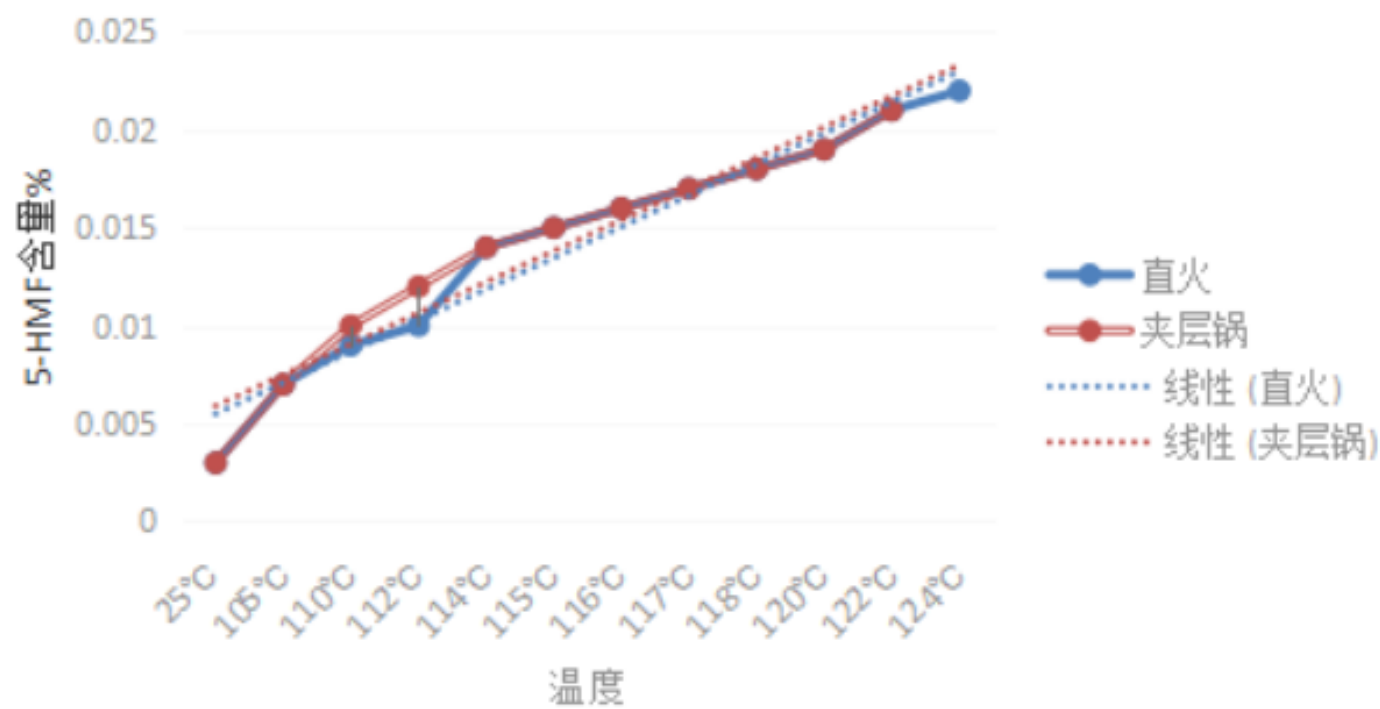


图4

直火、夹层锅水分变化趋势图

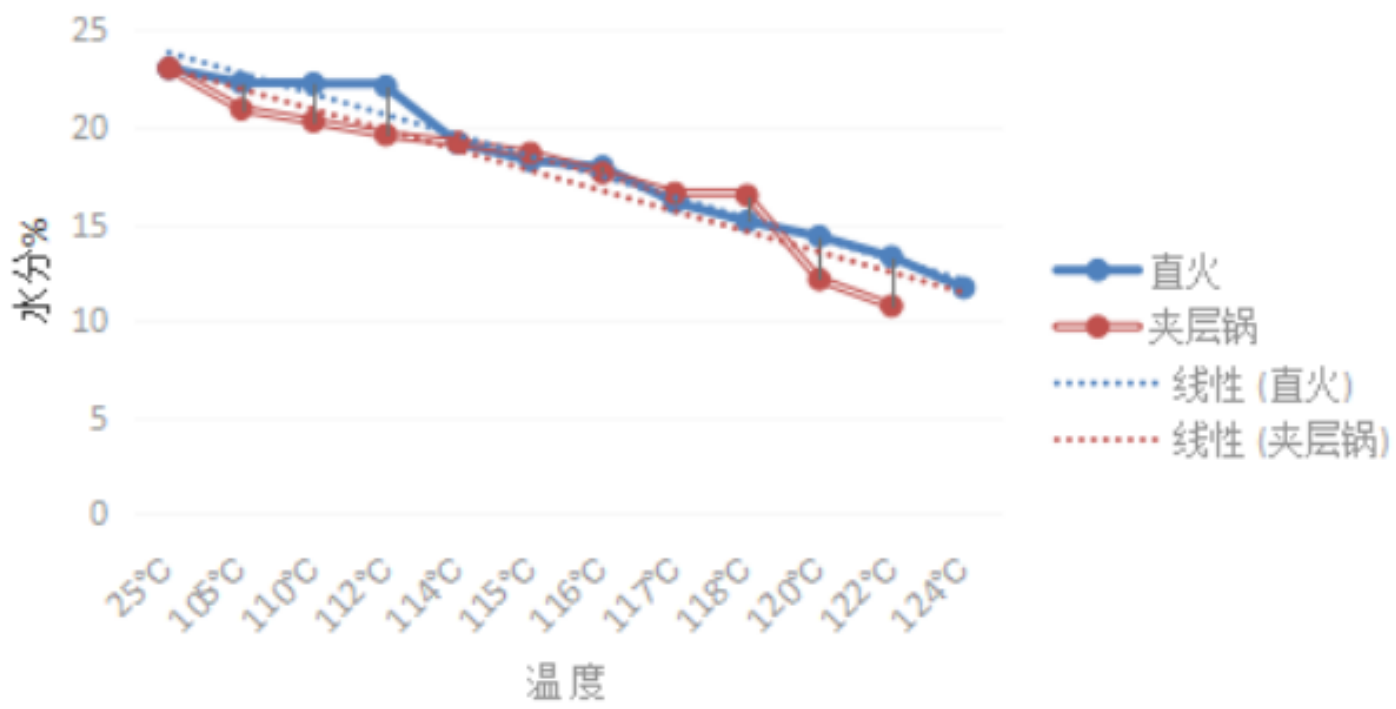


图5

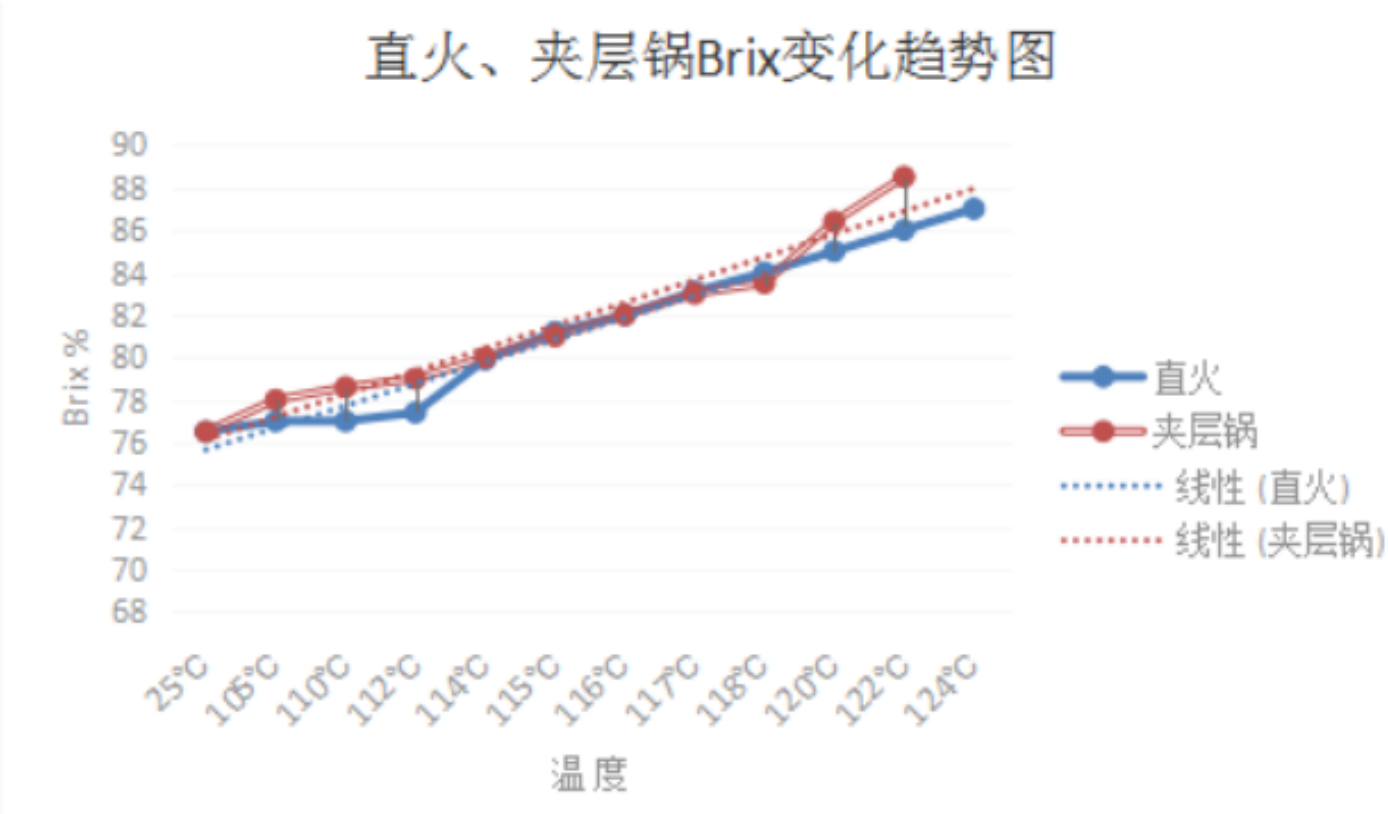


图6

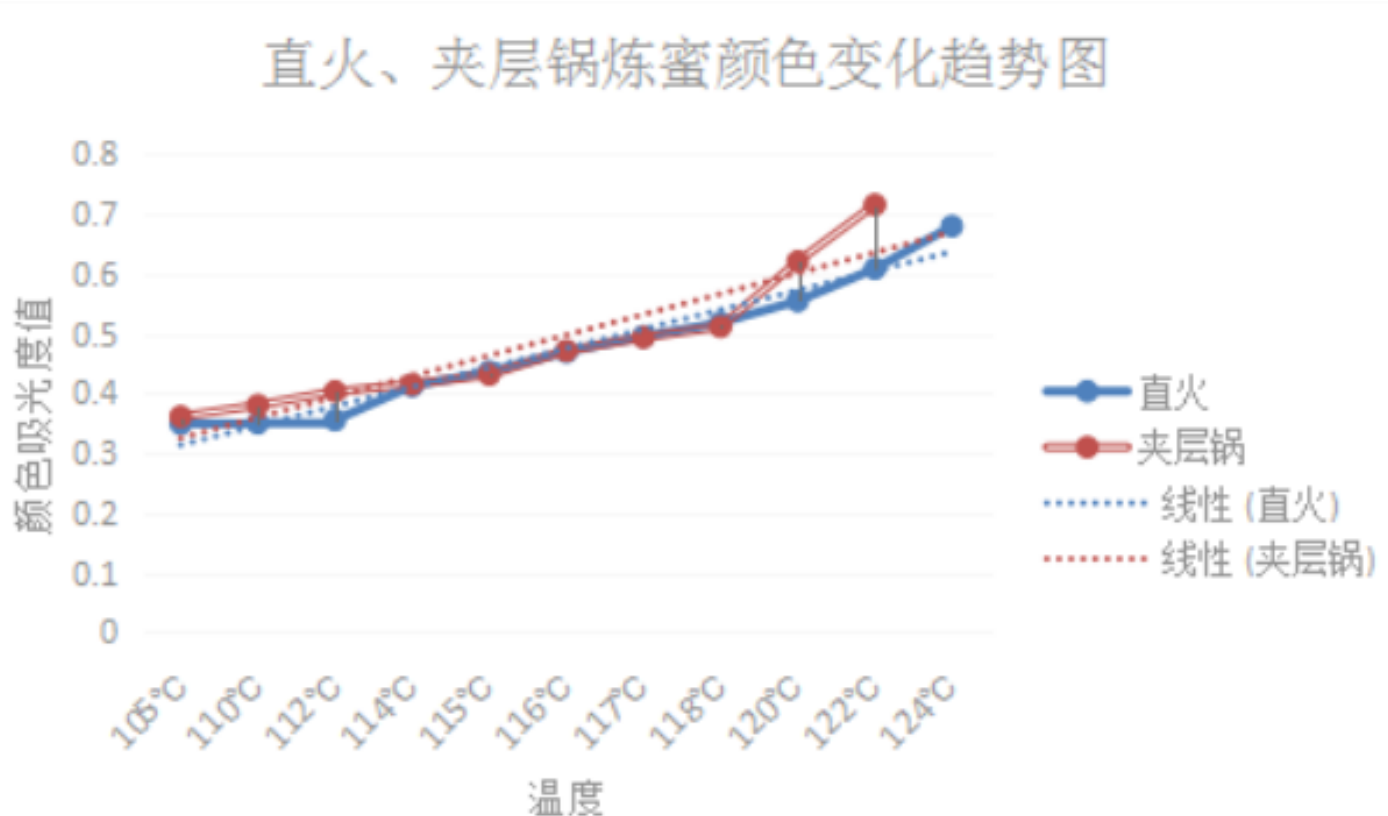
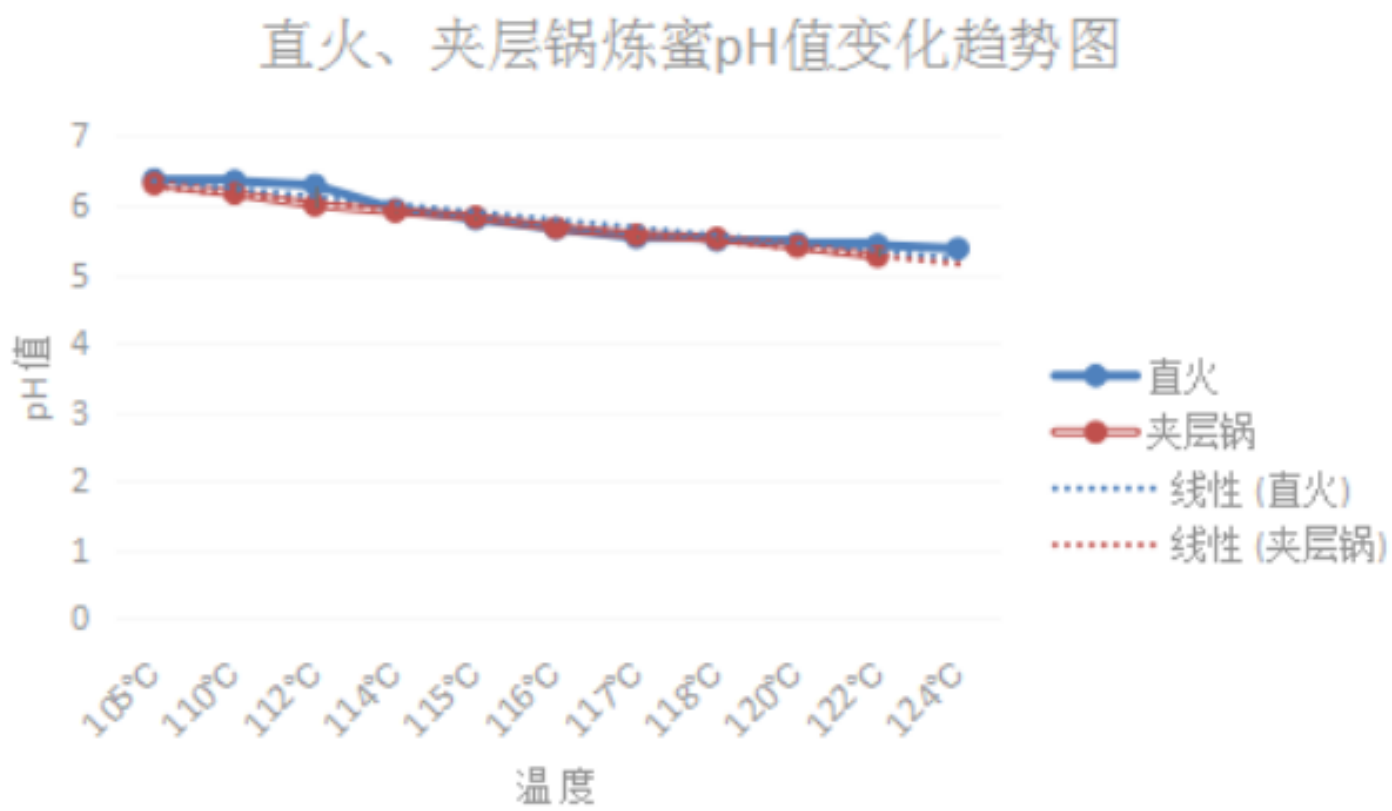


图7



附录C（图表）炼蜜工艺补充研究与检测

表9：第1次制备蜜百合样品

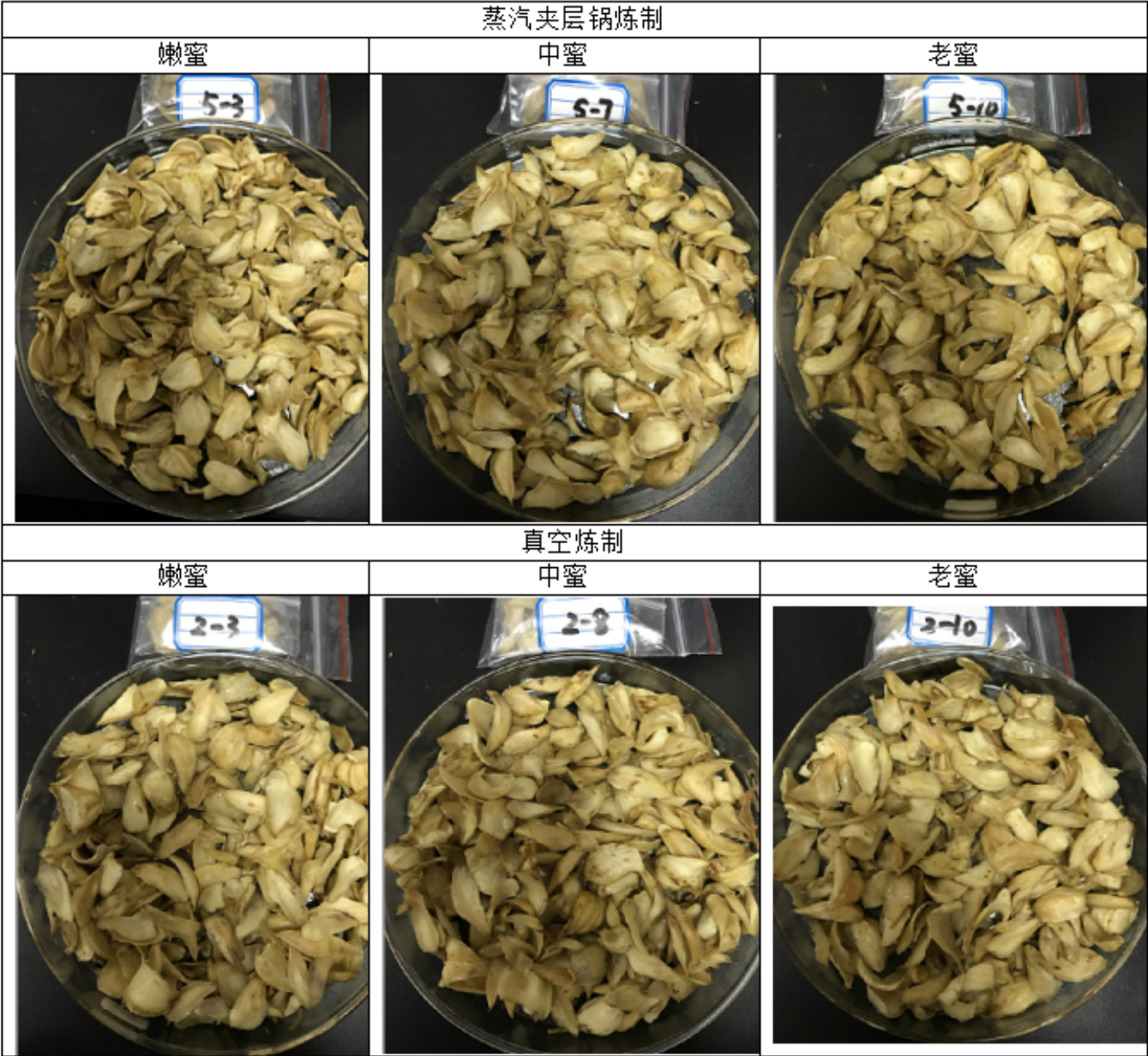
蜜百合编号	采用炼蜜编号	性状	多糖含量（重复-1）	多糖含量（重复-2）	多糖含量（重复-3）	多糖含量平均值
百合0	/	/	16.75%	17.85%	18.40%	17.67%
蜜百合5-2	炼蜜5-2（嫩蜜、夹层锅）	稍有光泽，无粘性	21.08%	21.04%	23.07%	21.73%
蜜百合5-6	炼蜜5-6（中蜜、夹层锅）	有光泽，无粘性	20.08%	24.16%	23.18%	22.47%
蜜百合5-9	炼蜜5-9（老蜜、夹层锅）	光泽度好，稍有粘性	22.34%	24.33%	22.09%	22.92%
蜜百合2-3	炼蜜2-3（嫩蜜、真空）	稍有光泽，无粘性	20.56%	23.04%	22.34%	21.98%
蜜百合2-7	炼蜜2-7（中蜜、真空）	光泽度好，无粘性	18.32%	21.79%	21.79%	20.63%
蜜百合2-10	炼蜜2-10（老蜜、真空）	光泽度好，有粘性	19.59%	22.16%	22.84%	21.53%

表10：第二次制备蜜百合

蜜百合编号	采用炼蜜编号	性状	多糖含量
蜜百合5-1	炼蜜5-1（嫩蜜、夹层锅）	稍有光泽，无粘性	23.99%
蜜百合5-2	炼蜜5-2（嫩蜜、夹层锅）	稍有光泽，无粘性	22.34%
蜜百合5-5	炼蜜5-5（中蜜、夹层锅）	有光泽度，无粘性	21.56%

蜜百合5-6	炼蜜5-6（中蜜、夹层锅）	有光泽度，无粘性	22.48%
蜜百合5-7	炼蜜5-7（中蜜、夹层锅）	光泽度好，无粘性	20.98%
蜜百合5-8	炼蜜5-8（中蜜、夹层锅）	光泽度好，无粘性	21.96%
蜜百合5-9	炼蜜5-9（老蜜、夹层锅）	光泽度好，稍有粘性	22.74%
蜜百合5-10	炼蜜5-10（老蜜、夹层锅）	光泽度好，有粘性	22.09%
蜜百合2-3	炼蜜2-3（嫩蜜、真空）	稍有光泽，无粘性	19.66%
蜜百合2-5	炼蜜2-5（中蜜、真空）	有光泽，无粘性	21.35%
蜜百合2-7	炼蜜2-7（中蜜、真空）	光泽好，无粘性	20.85%
蜜百合2-10	炼蜜2-10（老蜜、真空）	光泽度好，有粘性	19.42%

图 8 蜜百合的外观图



附录D（图表）适用性验证

表11：适用性验证检测结果

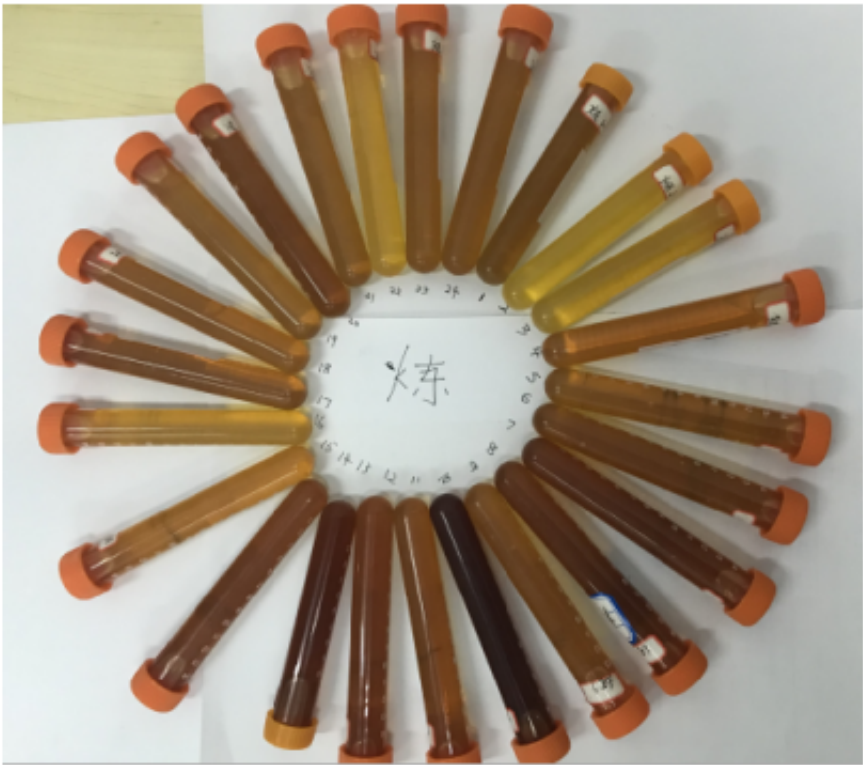
样品编号	Brix (%)	性状	水分 (%)	酸度	还原糖 (%)	果糖葡萄糖含量比	5-HMF (%)	备注
原峰蜜1	80.5	手捻稍有粘性，当两手指分开时拉丝，流动性好	16.65	符合	/	/	0.00575	不合格
炼蜜1	82.0	手捻有粘性，当两手指分开时拉丝，一拉即断，流动性较差	13.29	符合	/	/	0.00898	
原峰蜜2	80.5	手捻稍有粘性，当两手指分开时拉丝，流动性好	17.43	符合	74.94	1.46	0.00181	
炼蜜2	82.2	手捻有粘性，当两手指分开时拉丝，一拉即断，流动性较差	13.40	符合	75.32	1.34	0.00397	
原峰蜜3	80.6	手捻稍有粘性，当两手指分开时拉丝，流动性好	17.98	符合	80.07	1.40	0.00292	
炼蜜3	83.1	手捻有粘性，当两手指分开时拉丝，一拉即断，流动性较差	14.11	符合	79.18	1.34	0.00384	
原峰蜜4	78.1	手捻稍有粘性，当两手指分开时拉丝，流动性好	18.44	符合	68.32	1.75	0.00074	
炼蜜4	82.4	手捻有粘性，当两手指分开时拉丝，一拉即断，流动性较差	14.46	符合	70.10	1.48	0.00558	
原峰蜜5	78.9	手捻稍有粘性，当两手指分开时拉丝，流动性好	17.31	符合	63.30	1.61	0.00093	
炼蜜5	82.4	手捻有粘性，当两手指分开时拉丝，一拉即断，流动性较差	14.62	符合	63.07	1.46	0.00302	
原峰蜜6	79.1	手捻稍有粘性，当两手指分开时拉丝，流动性好	17.19	符合	68.30	1.75	0.00133	
炼蜜6	81.9	手捻有粘性，当两手指分开时拉丝，一拉即断，流动性较差	14.89	符合	70.44	1.31	0.00593	

原峰蜜7	80.6	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	16.26	符合	/	/	0.00514	不合格
炼蜜7	82.9	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	13.87	符合	/	/	0.01449	
原峰蜜8	81.1	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	15.67	不符合	/	/	0.00457	不合格
炼蜜8	83.8	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	13.52	不符合	/	/	0.00933	
原峰蜜9	81.0	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	16.02	符合	74.59	1.44	0.00394	
炼蜜9	82.8	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	14.03	符合	72.50	1.38	0.00716	
原峰蜜10	80.9	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	16.06	符合	66.01	1.39	0.00239	
炼蜜10	82.0	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	14.69	符合	62.00	1.33	0.01390	
原峰蜜11	81.1	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	15.67	符合	/	/	0.00680	不合格
炼蜜11	83.0	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	14.15	符合	/	/	0.00923	
原峰蜜12	83.5	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	13.76	不符合	/	/	0.00949	不合格
炼蜜12	84.2	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	12.90	不符合	/	/	0.01313	

原峰蜜13	79.0	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	17.62	符合	63.84	1.43	0.00110	
炼蜜13	81.2	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	16.22	符合	63.03	1.41	0.00341	
原峰蜜14	79.2	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	17.78	符合	/	/	0.00628	不合格
炼蜜14	82.0	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	15.08	符合	/	/	0.01150	
原峰蜜15	78.0	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	18.95	不符合	/	/	0.00761	不合格
炼蜜15	84.1	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	13.52	不符合	/	/	0.01053	
原峰蜜16	81.0	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	15.63	符合	71.77	1.24	0.00165	
炼蜜16	83.0	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	14.26	符合	71.27	1.14	0.00237	
原峰蜜17	80.0	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	19.73	符合	68.76	1.20	0.00313	
炼蜜17	82.3	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	15.01	符合	74.90	1.17	0.00330	
原峰蜜18	79.9	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	17.08	符合	/	/	0.00417	不合格
炼蜜18	83.0	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	14.26	符合	/	/	0.00388	

原峰蜜19	81.9	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	14.73	符合	77.20	1.28	0.00261	
炼蜜19	82.5	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	14.15	符合	75.07	1.24	0.00438	
原峰蜜20	81.4	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	15.44	符合	72.61	1.11	0.00334	
炼蜜20	83.0	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	13.91	符合	76.92	1.21	0.01051	
原峰蜜21	82.0	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	15.28	符合	77.53	1.31	0.00174	
炼蜜21	83.0	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	14.26	符合	63.25	1.13	0.00377	
原峰蜜22	78.5	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	19.62	符合	70.09	1.67	0.00051	
炼蜜22	83.0	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	14.46	符合	74.80	1.40		
原峰蜜23	78.5	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	19.03	符合	72.28	1.83	0.00107	
炼蜜23	82.5	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	14.30	符合	63.93	0.95	0.01331	
原峰蜜24	79.2	手捻稍有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性好	17.19	符合	/	/	0.00877	不合格
炼蜜24	82.8	手捻有粘性，当两手指分开时，拉丝，流动性较差	14.34	符合	/	/	0.01394	

图9 不同炼蜜样品颜色区别



附录E（图表）中试验证

表12：中式验证检测结果

样品编号	Brix(%)	性状	水分(%)	酸度	还原糖(%)	果糖葡萄糖含量比	5-HMF(%)
中式炼蜜-1	83.1%	手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差	14.03	符合	66.39	1.27	0.0066
中式炼蜜-2	83.5%	手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差	13.60	符合	70.38	1.07	0.0084
中式炼蜜-3	83.4%	手捻有粘性，当两手指分开时有短拉丝，一拉即断，流动性较差	13.72	符合	71.83	1.09	0.0089

附表

附表1 相关标准对比表

标准名称	发布机构	标准等级	标准编号	主要内容	优势	不足
------	------	------	------	------	----	----

附表2 标准主要起草人表

序号	姓名	工作单位	职务/职称	任务分工	备注
1	李玲	药圣堂（湖南）制药有限公司	执业药师	实验研究、数据分析、标准撰写	
2	钟振平	药圣堂（湖南）制药有限公司	执业药师	整体协调，标准指导与协助	
3	刘佩玲	药圣堂（湖南）制药有限公司	执业药师	标准协助	
4	陈乃宏	湖南中医药大学	荣誉院长/教授	标准指导	
5	周小江	湖南中医药大学	教授	标准指导	
6					
7					
8					
9					
10					