
Gelée royale — Spécifications

Royal jelly — Specifications

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[SIST ISO 12824:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fb4716-f372-425b-acac-b68b7164244a/sist-iso-12824-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fb4716-f372-425b-acac-b68b7164244a/sist-iso-12824-2017>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

SIST ISO 12824:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fb4716-f372-425b-acac-b68b7164244a/sist-iso-12824-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Exigences	2
4.1 Description.....	2
4.2 Odeur et goût.....	2
4.3 Exigences chimiques.....	2
4.4 Exigences sanitaires.....	3
5 Méthodes d'essai	3
5.1 Généralités.....	3
5.2 Prélèvement de l'échantillon.....	3
5.3 Méthodes d'essai des exigences chimiques.....	3
6 Emballage, étiquetage, stockage et transport	3
6.1 Emballage.....	3
6.2 Étiquetage.....	3
6.3 Stockage et transport.....	4
Annexe A (normative) Détermination du taux d'humidité	5
Annexe B (normative) Détermination de la teneur en 10-HDA	8
Annexe C (normative) Détermination de la teneur en protéines	14
Annexe D (normative) Détermination de la teneur en sucres	21
Annexe E (normative) Détermination de l'acidité totale	27
Annexe F (normative) Détermination de la teneur en lipides totaux	28
Annexe G (normative) Détermination du rapport des isotopes¹³C	30
Annexe H (informative) Détermination de la teneur en furosine	31
Annexe I (informative) Analyse pollinique	33
Bibliographie	36

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/361b4716-1372-425b-acac-b68b7164244a/sist-iso-12824-2017).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*.

Gelée royale — Spécifications

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les exigences de production et les règles sanitaires pour la gelée royale et établit une série de méthodes d'analyses organoleptiques et chimiques pour contrôler la qualité de la gelée royale. Elle spécifie également les exigences de transport, de stockage, d'emballage et d'étiquetage de la gelée royale. La présente Norme internationale s'applique à la production de gelée royale (récolte, traitement préliminaire et emballage) et aux liens commerciaux. Elle ne s'applique pas aux produits à base de gelée royale dans lesquels d'autres aliments sont mélangés.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 4833-1, *Microbiologie de la chaîne alimentaire — Méthode horizontale pour le dénombrement des micro-organismes — Partie 1: Comptage des colonies à 30 degrés C par la technique d'ensemencement en profondeur*

ISO 21528-2, *Microbiologie des aliments — Méthodes horizontales pour la recherche et le dénombrement des Enterobacteriaceae — Partie 2: Méthode par comptage des colonies*

ISO 6579, *Microbiologie des aliments — Méthode horizontale pour la recherche des Salmonella spp.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions suivants s'appliquent.

3.1

gelée royale

mélange de sécrétions de glandes hypopharyngiennes et mandibulaires d'abeilles ouvrières, sans aucun additif

Note 1 à l'article: Elle constitue la nourriture des reines au stade larvaire et au stade adulte. Il s'agit d'un aliment brut et naturel, non transformé (hormis la filtration) et exempt d'additifs. La couleur, le goût et la composition chimique de la gelée royale sont déterminés par l'absorption et la transformation par les abeilles nourries avec les deux types d'aliments suivants pendant la période de production de gelée royale:

— type 1: uniquement les aliments naturels de l'abeille (pollen, nectar et miel);

— type 2: les aliments naturels de l'abeille et d'autres nutriments (protéines, hydrates de carbone, etc.).

3.2

10-HDA

acide 10-hydroxy-2-décénoïque

composé caractéristique de la gelée royale

4 Exigences

4.1 Description

La gelée royale est une substance nacrée de couleur blanc laiteux à jaune pâle. Elle est pâteuse ou gélatineuse mais fluide à température ambiante et doit être exempte de bulles et de substances étrangères. Des phénomènes de cristallisation mineurs peuvent se produire naturellement pendant la période de stockage de la gelée royale.

4.2 Odeur et goût

La gelée royale est piquante, elle ne doit pas fermenter ni devenir rance. Elle est de saveur acide, épicée et laisse un goût âcre dans le palais et la gorge.

4.3 Exigences chimiques

La gelée royale doit être conforme aux exigences données dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Exigences chimiques relatives à la gelée royale

Caractéristique	Exigence		Méthode d'analyse
	Type 1	Type 2	
Taux d'humidité (%)	min. 62,0 max. 68,5		Annexe A
10-HDA (%)	min. 14		Annexe B
Protéines (%)	min. 11 max. 18		Annexe C
Sucres totaux (%)	min. 7 max. 18		Annexe D
Fructose (%)		2-9	Annexe D
Glucose (%)		2-9	Annexe D
Saccharose (%)	<3,0	Na ^a	Annexe D
Erlose (%)	<0,5	Na ^a	Annexe D
Maltose (%)	<1,5	Na ^a	Annexe D
Maltotriose %()	<0,5	Na ^a	Annexe D
Acidité totale [(1 mol/l NaOH) ml/100g]	min. 30,0 max. 53,0		Annexe E
Lipides totaux (%)		2 8	Annexe F
Rapport des isotopes ¹³ C/ ¹² C (δ ‰)	-29 à -20	-29 à -14	Annexe G

^a Na = Non applicable.

La furosine est un paramètre qualitatif complémentaire facultatif qui indique la fraîcheur de la gelée royale (voir la méthode pour information dans l'[Annexe H](#)).

NOTE Une valeur devra être spécifiée lors de la prochaine révision de la présente Norme internationale.

L'analyse pollinique peut être utilisée pour déterminer l'origine géographique de la gelée royale (voir la méthode pour information dans l'[Annexe I](#)).

4.4 Exigences sanitaires

La gelée royale doit être conforme aux exigences données dans le [Tableau 2](#).

Tableau 2 — Exigences sanitaires relatives à la gelée royale

Caractéristique	Exigence	Méthode d'analyse
Comptage des colonies (UFC/g) max.	500	ISO 4833-1
Bactéries pathogènes:		
Enterobacteriaceae (UFC/g)	absentes dans 10 g	ISO 21528-2
Salmonelles (UFC/g)	absentes dans 25 g	ISO 6579

5 Méthodes d'essai

5.1 Généralités

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue ainsi que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.2 Prélèvement de l'échantillon

Le préleveur d'échantillons doit utiliser une barre, un tube ou une cuillère en acier inoxydable. Placer l'échantillon dans le flacon d'échantillons stérile, agiter suffisamment pour le mélanger de façon homogène, et le mettre de côté en tant qu'échantillon à soumettre à essai. Chaque échantillon doit peser plus de 20 g.

L'échantillon doit être immédiatement soumis à essai ou doit être conservé au réfrigérateur à une température inférieure à 5 °C.

5.3 Méthodes d'essai des exigences chimiques

Les échantillons doivent être analysés conformément aux méthodes d'essai spécifiées dans les [Annexes A, B, C, D, E, F](#) et [G](#) ou à toute autre méthode d'essai de performances reconnues comme équivalentes selon des normes reconnues.

6 Emballage, étiquetage, stockage et transport

6.1 Emballage

Tout emballage en contact avec la gelée royale doit être apte au contact avec les denrées alimentaires.

6.2 Étiquetage

Au moins les informations suivantes doivent figurer sur chaque emballage ou sur une étiquette:

- le nom du produit et la marque ou l'appellation commerciale, le cas échéant;
- le nom et l'adresse du producteur ou de l'emballeur;
- la masse nette;
- le(s) pays de récolte;
- l'année de la récolte;
- la date de durabilité minimale;

- g) le mode et les instructions de stockage;
- h) le mois de congélation, le cas échéant;
- i) le type, selon la présente Norme internationale;
- k) le numéro de lot.

6.3 Stockage et transport

La température de stockage doit être comprise entre +2 °C et +5 °C, ou en cas de stockage à long terme, doit être de préférence inférieure à -18 °C.

Il convient de stocker séparément la gelée royale produite dans différentes régions et à différentes périodes en lui attribuant différents numéros de lot (dans des flacons ou des boîtes).

Elle doit être transportée à basse température et ne doit pas être stockée et transportée avec des substances corrosives toxiques ou avec des substances ayant une odeur singulière ou susceptibles d'entraîner une contamination.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[SIST ISO 12824:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fb4716-f372-425b-acac-b68b7164244a/sist-iso-12824-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fb4716-f372-425b-acac-b68b7164244a/sist-iso-12824-2017>

Annexe A (normative)

Détermination du taux d'humidité

A.1 Méthode de l'étuve sous vide (méthode de référence)

A.1.1 Appareillage

A.1.1.1 Étuve sous vide.

A.1.1.2 **Coupelle de pesée**, hauteur de 25 mm à 30 mm, diamètre de 35 mm à 50 mm.

A.1.1.3 **Balance analytique**, précise à 0,000 1 g près.

A.1.2 Mode opératoire

Peser exactement environ 0,5 g de l'échantillon de gelée royale, le placer dans la coupelle de pesée qui est séchée jusqu'à obtention d'une masse constante, répartir uniformément et placer dans l'étuve sous vide. Sécher pendant 4 h à 75 °C et, sous une pression comprise entre 0,000 MPa et 0,005 MPa, sortir la coupelle de pesée et la placer dans l'étuve ou dans le dessiccateur, la peser après l'avoir refroidie pendant 30 min. Sécher à nouveau pendant 2 h et répéter l'opération jusqu'à ce que la différence de masse entre deux cycles consécutifs soit inférieure à 2 mg, à savoir jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

A.1.3 Calcul

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fb4716-b372-425b-acac-b68b7164244a/sist-iso-12824-2017>

Le taux d'humidité dans la gelée royale, X_1 , exprimé en pourcentage en masse, est donné par la [Formule \(A.1\)](#):

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_3} \times 100 \quad (\text{A.1})$$

où

X_1 est le taux d'humidité dans la gelée royale, en %;

m_1 est la masse de la coupelle de pesée et de l'échantillon, en grammes;

m_2 est la masse de la coupelle de pesée et de l'échantillon séché jusqu'à l'obtention d'une masse constante, en grammes;

m_3 est la masse de la coupelle de pesée, en grammes.

A.1.4 Fidélité

L'écart relatif entre répétitions ne doit pas dépasser 0,8 %.

A.2 Karl Fisher

A.2.1 Appareillage

A.2.1.1 Système de titrage Karl Fischer, titrateur Mettler DL 18¹⁾ ou équivalent.

A.2.1.2 Balance analytique, précise à 0,000 01 g près.

A.2.1.3 Hydranal Composite 5 R.D.H.¹⁾ comme solution de titrage ou équivalent.

A.2.1.4 Méthanol (pureté UV ou pureté analytique) comme solvant.

A.2.2 Mode opératoire

Avant l'analyse d'un échantillon, le titre du réactif utilisé [par exemple, Hydranal(R)-Composite 5] est déterminé le jour même de l'analyse. La teneur en eau d'une solution étalon appropriée [par exemple, Hydranal(R)-Water Standard 10.0, eau ultra-pure ou hydrate de terpène avec un taux d'humidité bien défini à 10,46 %] est vérifiée sur trois répétitions.

Peser une seringue de 1 ml. Peser environ 30 mg de l'échantillon de gelée royale et les introduire dans la seringue.

Introduire l'échantillon dans la cellule de titrage du titrateur contenant environ 40 ml de méthanol.

Peser à nouveau la seringue.

La masse de gelée royale exactement introduite dans la cellule de titrage est obtenue en calculant la différence entre les deux pesées de la seringue.

Après 600 s d'agitation, le **taux d'humidité est déterminé et calculé automatiquement** par le titrateur en % et en mg/kg.

Le titre déterminé doit être pris en compte pour calculer la teneur en eau de l'échantillon.

A.2.3 Fidélité

Chaque échantillon est analysé deux fois et l'écart relatif entre les deux mesures ne doit pas dépasser 0,4 %.

A.3 Lyophilisation

Voir la Référence [1].

A.3.1 Appareillage

A.3.1.1 Balance analytique, précise à 0,000 1 g près.

A.3.1.2 Tubes à centrifuger.

A.3.1.3 Lyophilisateur.

A.3.1.4 Congélateur.

1) Exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

A.3.2 Mode opératoire

Peser un tube à centrifuger avec son bouchon. Peser exactement environ 1 g de gelée royale et l'introduire dans ce tube. Lyophiliser pendant au moins 36 h, sans le bouchon. Dès que la lyophilisation est terminée, remettre le bouchon et peser l'échantillon immédiatement.

A.3.3 Calcul

Le pourcentage de matière sèche est calculé d'après la [Formule \(A.2\)](#):

$$\% \text{ matière sèche} = 100 \times (m_1 - m_0)/m \quad (\text{A.2})$$

où

m_1 est la masse du tube après lyophilisation, avec son bouchon, en grammes;

m_0 est la masse du tube vide avec son bouchon, en grammes;

m est la masse de l'échantillon, en grammes.

Le taux d'humidité dans la gelée royale est calculé d'après la [Formule \(A.3\)](#):

$$\text{Taux d'humidité} = 100 - \% \text{ matière sèche} \quad (\text{A.3})$$

A.3.4 Fidélité

L'écart relatif entre répétitions ne doit pas dépasser 0,8 %.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)
SIST ISO 12824:2017
<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/36fb4716-f372-425b-acac-b68b7164244a/sist-iso-12824-2017>

Annexe B (normative)

Détermination de la teneur en 10-HDA

B.1 Étalonnage externe par CLHP-UV (méthode de référence)

B.1.1 Réactifs

Utiliser uniquement de l'eau ultra-pure.

B.1.1.1 Méthanol, pureté UV ou pureté analytique avec transmission de la lumière supérieure à 30 % à la longueur d'onde de détection.

B.1.1.2 Étalon de référence 10-HDA, pur à plus de 99,0 % (certificat d'analyse du fournisseur).

B.1.1.3 Solution mère étalon 10-HDA S_0 , $c = 0,13$ mg/ml.

Par exemple, peser exactement environ 6,50 mg de substance de référence dans une fiole jaugée de 50 ml, dissoudre dans du méthanol et compléter au volume avec du méthanol.

Pour la dilution: facteur x (étalon S_0) = $0,13$ (mg/ml)/concentration calculée S_0 (mg/ml). La concentration calculée doit être corrigée en fonction de la pureté de la substance de référence.

B.1.1.4 Tampon phosphate à 25 mmol, pH 2,5, en tant qu'éluant A, pour la solution d'extraction et le solvant de l'échantillon.

Par exemple, peser 6,90 g de dihydrogénophosphate de sodium monohydraté ($M = 137,99$ g/mol) dans une fiole jaugée de 2 l, dissoudre dans environ 1 800 ml de H_2O , ajuster le pH à 2,5 avec 85 % de H_3PO_4 et compléter au volume avec du H_2O .

B.1.1.5 Solution d'extraction, 55 % de tampon phosphate à 25 mmol, pH 2,5/45 % de méthanol (v/v).

Par exemple, mélanger 550 ml de tampon phosphate à 25 mmol, pH 2,5, avec 450 ml de MeOH, équilibrer à température ambiante.

B.1.1.6 Solvant de l'échantillon, 70 % de tampon phosphate à 25 mmol, pH 2,5/30 % de méthanol (v/v).

Par exemple, mélanger 700 ml de tampon phosphate à 25 mmol, pH 2,5, avec 300 ml de méthanol, équilibrer à température ambiante.

B.1.2 Appareillage

B.1.2.1 CLHP avec détecteur UV, enregistreur ou microprocesseur.

B.1.2.2 Colonne de chromatographie, Zorbax SB-CN 150 × 3,0 mm; 3,5 μ m ou un équivalent.

B.1.2.3 Bain à ultrasons.

B.1.2.4 Homogénéisateur, Ultraturrax ou équivalent.

B.1.2.5 Balance analytique, précise à 0,000 01 g près.

B.1.3 Mode opératoire

B.1.3.1 Traitement de l'échantillon

Peser exactement environ 80,00 mg de gelée royale lyophilisée ou 200 mg de gelée royale fraîche dans un tube à centrifuger de 50 ml.

Ajouter 40,0 ml de solution d'extraction. Homogénéiser pendant environ 10 s à 20 s à l'aide d'un Ultraturrax à 15 000 tr/min jusqu'à émulsion de toute la gelée royale. Traiter pendant 10 min dans un bain à ultrasons.

À l'aide d'une pipette, prélever 1 ml de l'extrait homogène et le transférer dans une fiole jaugée de 10 ml puis compléter au volume avec le solvant de l'échantillon. Filtrer une portion aliquote de l'extrait dilué à travers une membrane filtrante (0,45 µm).

B.1.3.2 Conditions chromatographiques

Longueur d'onde de détection: 216 nm

Éluant A: tampon phosphate à 25 mmol, pH 2,5

Éluant B: méthanol

Gradient:	34 % de B,	0-2,0 min
	34-43 % de B,	2,0-9,0 min
	43-80 % de B,	9,0-10,0 min
	34 % de B,	10,1-16,0 min

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 12824:2017
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fb4716-f372-425b-acac-06b7104244a/sist-iso-12824-2017>

B.1.3.3 Étalonnage externe

Tracer une courbe d'étalonnage externe (solutions correspondant aux concentrations en 10-HAD suivantes: 1,0 g/100 ml, 1,5 g/100 ml, 2,0 g/100 ml, 2,5 g/100 ml).

La courbe d'étalonnage doit être linéaire avec un coefficient de corrélation $r > 0,99$.

Dilutions des étalons pour la courbe d'étalonnage: