

ICS
CCS

团 体 标 准

T/CNFIA XXXX—XXXX

透明质酸钠饮品

Sodium hyaluronate drinks

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

前 言

本文件按照 GB/T1.1-2020《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。

本文件由华熙生物科技股份有限公司提出。

本文件由中国食品工业协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

透明质酸钠饮品

1 范围

本文件规定了透明质酸钠饮品的技术要求、检验方法、检验规则、生产加工过程卫生要求、标志、包装、运输与贮存。

本文件适用于透明质酸钠饮品的生产、检验和销售。

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，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T191 包装储运图示标志
 - GB 2762 食品安全国家标准食品中污染物限量
 - GB 4789.1 食品安全国家标准食品微生物学检验总则
 - GB4789.2 食品安全国家标准食品微生物学检验菌落总数测定
 - GB4789.3 食品安全国家标准食品微生物学检验大肠菌群计数
 - GB4789.4 食品安全国家标准食品微生物学检验沙门氏菌检验
 - GB4789.10 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
 - GB4789.15 食品安全国家标准食品微生物学检验霉菌和酵母计数
 - GB 4806.5 食品安全国家标准玻璃制品
 - GB 4806.7 食品安全国家标准食品接触用塑料材料及制品
 - GB 5009.11 食品安全国家标准食品中总砷及无机砷的测定
 - GB5009.12 食品安全国家标准食品中铅的测定
 - GB 5749 生活饮用水卫生标准
 - GB/T 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
 - GB 7101 食品安全国家标准饮料
 - GB7718 食品安全国家标准预包装食品标签通则
 - GB 8538 食品安全国家标准饮用天然矿泉水检验方法
 - GB/T 10789 饮料通则
 - GB 14881 食品安全国家标准食品生产通用卫生规范
 - GB/T 17876 包装容器塑料防盗瓶盖
 - GB 19298 食品安全国家标准包装饮用水
 - GB/T 24694 玻璃容器白酒瓶
 - GB 28050 食品安全国家标准预包装食品营养标签通则
 - GB 29921 食品安全国家标准食品中致病菌限量
 - JJF1070 定量包装商品净含量计量检验规则
 - QB/T 2357 聚酯（PET）无汽饮料瓶
- 国家质量监督检验检疫总局令（2005）第75号《定量包装商品计量监督管理办法》

3 定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 透明质酸钠饮品

以透明质酸钠、水为原料，不添加防腐剂，经配料、过滤、无菌灌装等工艺制成可直接饮用或加热冲调的产品。

4 技术要求

4.1 原辅料

4.1.1 水

应符合 GB 5749 的规定。

4.1.2 透明质酸钠

应符合 QB/T 4576 的规定。

4.2 感官指标

应符合表 1 的规定。

表1 感官指标

项目	指标	检验方法
色泽	无色	取一定量混合均匀的被测样品置 50mL 无色透明烧杯中，在自然光下观察色泽，鉴别气味，用温开水漱口，品尝滋味，检查其有无异物
滋味与气味	具有本品特有的滋味，无异味	
性状	澄清透明液体	
杂质	无正常视力可见外来异物	

4.3 理化指标

应符合表2的规定。

表2 理化指标

项目	指标	检验方法
铅(以 Pb 计)/(mg/L) ≤	0.3	GB 5009.12
砷(以 As 计)/(mg/L) ≤	0.3	GB 5009.11
透明质酸钠/(g/kg)	0.1-0.2	附录 A

4.4 微生物限量

应符合表 3 的规定。

表 3 微生物限量

项 目	采样方案 ^a 及限量				检验方法
	n	c	m	M	
菌落总数/(CFU/mL)	5	2	10 ²	10 ⁴	GB 4789.2
大肠菌群/(CFU/mL)	5	2	1	10	GB4789.3 中的平板计数法
沙门氏菌/(CFU/25mL)	5	0	0	-	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌/(CFU/mL)	5	1	10 ²	10 ³	GB4789.10第二法
铜绿假单胞菌/(CFU/250mL)	5	0	0	-	GB 8538

霉菌/(CFU/mL) ≤	20	GB 4789.15
酵母/(CFU/mL) ≤	20	GB 4789.15
*样品采样及处理按GB 4789.1和GB/T4789.21执行。		

4.5 净含量及允许短缺量

应符合国家质量监督检验检疫总局令（2005）第 75 号《定量包装商品计量监督管理办法》的规定，净含量及允许短缺量使用 JJF 1070 规定的方法检验。

5 生产加工过程卫生要求

应符合 GB 14881 的规定。

6 检验规则

6.1 组批

同一班次，同一条生产线生产的包装完好的同一种产品为一组批。

6.2 抽样

批量在 250 箱以下，随机抽取 6 箱，每箱取样 12 瓶，其中 7 瓶用于检验，其余 5 瓶留样备查。

7 检验

7.1 出厂检验

7.1.1 检验项目

包括感官指标、净含量、菌落总数、大肠菌群、霉菌和酵母。

7.1.2 产品出厂

每批产品须经厂质量检验部门检验合格并签发质量合格证方可出厂。

7.1.3 型式检验

7.1.3.1 正常生产时每年进行一次，有下列情况之一时必须进行：

- 新产品投产前；
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- 更换设备、主要原辅材料或更改关键工艺可能影响产品质量时；
- 停产半年及以上，再恢复生产时。

7.1.3.2 检验项目为本文件规定的全部项目。

7.1.4 判定规则

7.1.4.1 检验项目全部符合本标准的规定，判该批产品为合格产品。

7.1.4.2 微生物指标如有一项不符合要求，即判该批产品为不合格。其他项目如有一项以上

(含一项)不合格,应在同批产品中加倍抽样复验,以复验结果为准。若复验项目仍有一项不合格,则判该批产品为不合格品。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

产品包装储运图示标志应符合GB/T 191的规定,标签应符合GB7718、GB 28050及GB/T 10789的规定。

8.2 包装

8.2.1 产品包装应符合 GB 4806.5、GB 4806.7、GB/T 17876、GB/T 24694、QB/T 2357。

8.2.2 产品外包装应符合 GB/T 6543 的规定。

8.2.3 包装要牢固、防潮、整洁、美观、无异气味,便于装卸、仓储和运输。

8.3 运输

8.3.1 产品运输工具应清洁无污染,运输产品时应避免日晒、雨淋,不得与有毒、有害、有异味或影响产品质量的物品混装混运。

8.3.2 搬运时应轻拿轻放,严禁扔摔、撞击、挤压。

8.4 贮存

8.4.1 产品应贮存在阴凉、通风、干燥的成品库中,离地离墙 15cm 存放。不得与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

8.4.2 产品在本标准规定的条件下运输贮存,保质期为12个月。

附录 A

(规范性)

透明质酸钠饮品中透明质酸钠含量的测定

A. 1 试剂和材料

除另有说明外，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

A. 1. 1 试剂

二水合磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

十二水合磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)。

磷酸(H_3PO_4)。

氢氧化钠(NaOH)。

盐酸(HCl)。

透明质酸酶(HAase, EC4.2.2.1, 酶活力不低于 5000IU/mL)。

A. 1. 2 试剂配制

A. 1. 2. 1 磷酸盐缓冲液(pH6.0): 称取磷酸二氢钠 27.4g、磷酸氢二钠 8.8g, 置 1000mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 得 0.2mol/L 磷酸盐缓冲液。

A. 1. 2. 2 氢氧化钠溶液(0.1mol/L): 称取 20g 氢氧化钠, 溶于 500mL, 水中, 混匀, 转移至聚乙烯瓶中, 密闭放置。

A. 1. 2. 3 盐酸溶液(0.1mol/L): 取 8.33mL 盐酸, 用水定容至 1L。

A. 1. 2. 4 透明质酸酶溶液:用磷酸盐缓冲液将透明质酸酶稀释至酶活力约为 5000 IU/mL。

A. 1. 3 标准品

透明质酸钠标准品 $[(\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{NO}_{11}\text{Na})_n]$, CAS:9067-32-7, 纯度不低于 98.0%。

A. 1. 4 标准溶液配制

A. 1. 4. 1 透明质酸钠标准储备溶液(1.0mg/mL): 称取 50 mg 透明质酸钠标准品(精确至 0.1 mg)于 50mL 容量瓶中, 加入约 30mL 磷酸盐缓冲液, 涡旋震荡使其分散均匀, 待完全溶解后, 用磷酸盐缓冲液定容至刻度, 摇匀, 即得。

A. 1. 4. 2 透明质酸钠标准系列工作溶液: 分别移取透明质酸钠标准储备溶液 0mL、0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.4mL、0.8mL、1.0L 于 10mL 离心管中, 补加磷酸盐缓冲液至 5mL, 再加入 1 mL 透明质酸酶溶液, 混匀, 42°C水浴中酶解 2 h。沸水浴 2 min, 终止反应。冷却至室温后, 将上述酶解液转移至 10mL 容量瓶中, 用磷酸盐缓冲液定容并摇匀, 得到浓度范围在 0.005~0.1mg/mL 的标准系列工作溶液。

A. 1. 5 材料

微孔滤膜: 0.22 μm , 水相。

A. 1. 6 仪器和设备

A. 1. 6. 1 高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管阵列检测器。

A. 1. 6. 2 分析天平：感量为 0.01g 和 0.1mg。

A. 1. 6. 3 酸度计：精度为 0.01pH。

A. 1. 6. 4 超声波清洗器。

A. 1. 6. 5 涡旋混合器。

A. 1. 6. 6 恒温水浴锅。

A. 1. 6. 7 容量瓶：10mL 和 50mL。

A. 1. 6. 8 烧杯：10 mL。

A. 1. 6. 9 离心管：10 mL。

A. 2 样品制备

A. 2. 1 样品前处理

取样品适量(相当于透明质酸钠 10mg)，置于烧杯中，加入 3mL~5 mL 磷酸盐缓冲液，混匀。用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液或 0.1 mol/L 盐酸溶液调节 pH 至 6.0 后，用磷酸盐缓冲液转移并定容至 10 mL 容量瓶中，混匀。

A. 2. 2 酶解

准确移取 0.5 mL 上述处理后的样品溶液至 10 mL 离心管中，补加磷酸盐缓冲液至 5mL，再加入 1mL 透明质酸酶溶液，混匀，42℃水浴中酶解 2h。沸水浴 2 min，终止反应。冷却至室温后，将上述酶解液转移至 10mL 容量瓶中，用磷酸盐缓冲液定容并摇匀。经 0.22 μm 水相滤膜过滤后供高效液相色谱测定。

A. 3 分析步骤

A. 3. 1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱：MCI GEL CK08EH 色谱柱(8×300mm, 9μm)，或性能相当者；
- b) 柱温：40℃；
- c) 流动相：1%磷酸；
- d) 流速：0.6 mL/min；
- e) 检测波长：232nm；
- f) 进样量：20 μL。

A. 3. 2 标准曲线的制作

将透明质酸钠标准系列工作溶液经 0.22μm 滤膜过滤后，分别注入高效液相色谱仪中，按所述色谱条件进行分析，记录峰面积，以透明质酸钠标准系列工作溶液浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，计算直线回归方程。

A. 3. 3 样品测定

样品溶液经高效液相色谱仪分析，测得峰面积，根据标准曲线得到样品溶液中透明质酸钠的浓度，计算样品中透明质酸钠的含量。

A. 3. 4 平行试验

按上述步骤，对同一试样进行两次平行测定。

A. 3. 5 空白试验

除不加试样外，采用完全相同的测定步骤进行测定。

A. 4 分析结果

食品中透明质酸钠的含量按公式(1)计算:

$$X = \frac{C \times 10 \times 10}{0.5 \times m} \quad (1)$$

式中:

X——食品中透明质酸钠的含量，单位为毫克每毫升(mg/mL)或毫克每克(mg/g);

C——根据标准曲线得到的样品溶液中透明质酸钠的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL);

m——样品的取样量，单位为毫升(mL)或克(g)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

A. 5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的 10%。

A. 6 准确度

方法的回收率在 90%~115%之间。

色谱图

A. 1 透明质酸钠标准溶液 MCI GEL CK08EH 色谱柱色谱图见图 A. 1。

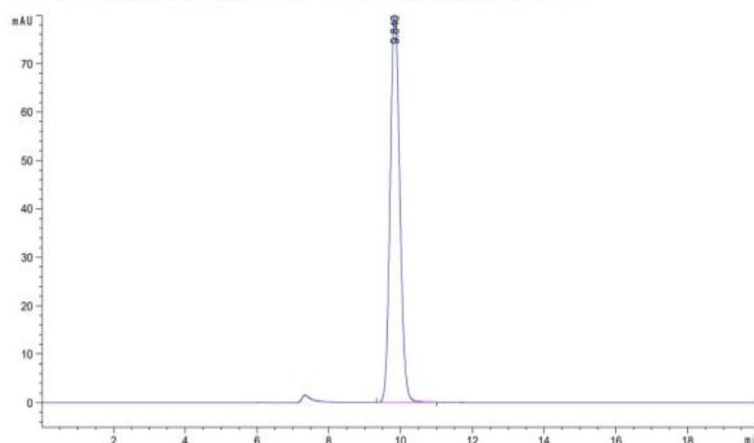


图 A.1 透明质酸钠标准品溶液 MCI GEL CK08EH 色谱柱色谱图

A.2 样品溶液 MCI GEL CK08EH 色谱柱色谱图见图 A.2。

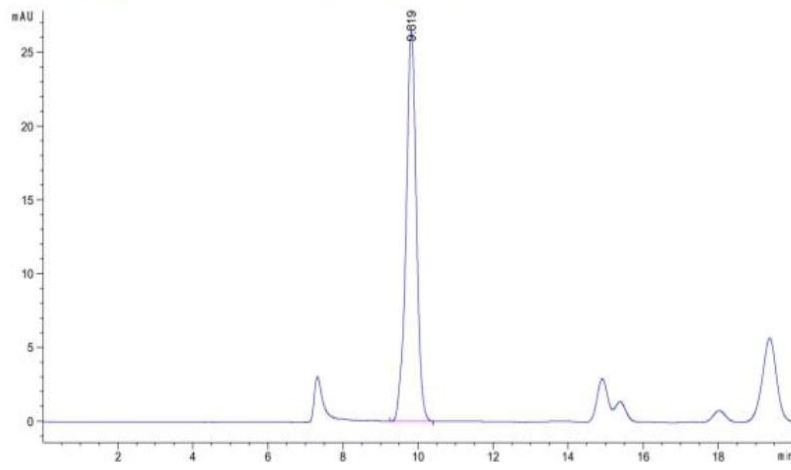


图 A.2 样品溶液 MCI GEL CK08EH 色谱柱色谱图

