

中华人民共和国国家标准

食 品 添 加 剂 咖 啡 因

GB 14758—93

Food additive
Caffeine

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂咖啡因的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存的要求。
本标准适用于化学法制得的咖啡因,在食品工业中添加至可乐型饮料中以增加风味。

2 引用标准

GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法
GB 8451 食品添加剂中重金属限量试验法
中华人民共和国药典 一九九〇年版 二部

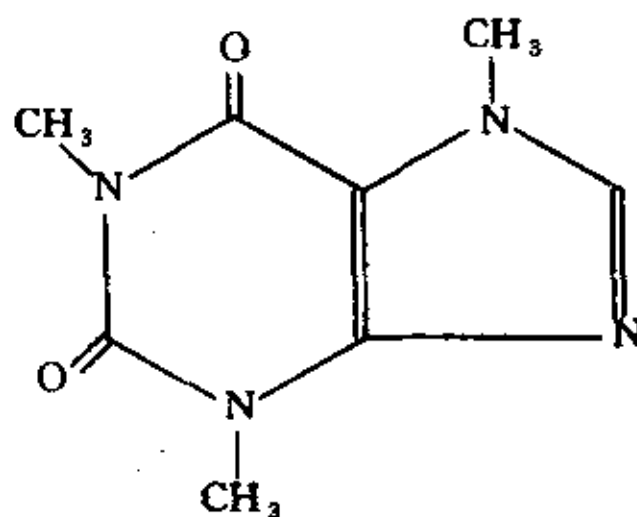
3 化学名称、分子式、结构式、分子量

化学名称:1,3,7-三甲基黄嘌呤

1,3,7-trimethylxanthine

分子式: $C_8H_{10}N_4O_2$ 或 $C_8H_{10}N_4O_2 \cdot H_2O$

结构式:



分子量:194.19(无水物)或 212.2(水合物)(按 1987 年国际原子量)

4 技术要求

4.1 性状

本品为白色结晶性粉末,或白色有丝光的针状结晶,通常缠结在一起。本品是无水物或含一分子水的水合物,无臭,味苦,溶液对石蕊显中性,本品的含水物有风化性。含水咖啡因 1 g,能溶解在 50 mL 水中,75 mL 乙醇中,约 6 mL 三氯甲烷中和 600 mL 乙醚中。

4.2 项目和指标

项 目	指 标
含量(以 $C_8H_{10}N_4O_2$ 计), %	98.5~101.0
熔点, $^{\circ}C$	235~237.5
其他生物碱	无沉淀产生
砷(以 As 计), % $\leq$	0.000 3
重金属(以 Pb 计), % $\leq$	0.001
水分, % $\leq$	0.5(无水)
	8.5(含水)
炽灼残渣, % $\leq$	0.1
易炭化物(比色)	不深于比色液

5 试验方法

除特别注明外,试验中所用试剂为分析纯试剂;水为蒸馏水或相应纯度的水;溶液为水溶液;测定中所需溶液在未注明时,均按照《中华人民共和国药典》一九九〇年版附录制备。仪器、设备为一般实验室仪器、设备。

5.1 鉴别

5.1.1 试剂和溶液

5.1.1.1 盐酸(GB 622)。

5.1.1.2 氯酸钾(GB 645)。

5.1.1.3 氨溶液:取氨水(GB 613)适量,制成 10%(m/V)溶液。

5.1.1.4 盐酸溶液:取盐酸(GB 622)适量,制成 10%(m/V)溶液。

5.1.1.5 氢氧化钠溶液:取氢氧化钠(GB 629)适量,制成 4%(m/V)溶液。

5.1.1.6 碘溶液:取碘(GB 675)适量,制成 0.1 mol/L 溶液。

5.1.2 鉴别方法

5.1.2.1 取本品约 10 mg,加盐酸 1 mL 与氯酸钾 0.1 g,置水浴上蒸干,残渣遇氨气即显紫色;再加氢氧化钠溶液数滴,紫色即消失。

5.1.2.2 取本品的饱和水溶液 5 mL,加碘溶液 5 滴,不发生沉淀;再加 10%盐酸 3 滴,即出现红棕色的沉淀,能在稍过量的氢氧化钠溶液中溶解。

5.2 含量测定

5.2.1 试剂和溶液

5.2.1.1 乙酸酐(GB 677)。

5.2.1.2 苯(GB 690)。

5.2.1.3 高氯酸标准滴定溶液:取高氯酸(GB 623)适量,制成 0.1 mol/L 溶液。

5.2.2 仪器

电位滴定仪。

5.2.3 测定方法

取本品约 0.4 g(准确至 0.000 2 g),加乙酸酐 40 mL,加热溶解,冷却,加苯 80 mL,用高氯酸标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定,用电位法指示终点,并将滴定的结果用空白试验校正。

5.2.4 分析结果的表述

咖啡因的含量 x (以质量百分数表示)按式(1)计算:

$$x = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.194\ 2 \times 100}{m_1 \cdot (1 - x_2)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V ——样品消耗高氯酸标准溶液的体积,mL;

V_0 ——空白试验消耗高氯酸标准溶液的体积,mL;

c ——高氯酸标准滴定溶液的摩尔浓度,mol/L;

m_1 ——样品质量,g;

x_2 ——干燥失重,%;

0.194 2——与1.00 mL 高氯酸标准滴定溶液 [$c(\text{HClO}_4)=1.000\text{ mol/L}$]相当的咖啡因的质量,g。

所得结果应表示至一位小数。

5.2.5 允许差

本方法平行测定的允许相对差在 0.3%以内。

5.3 熔点的测定

将样品研成细粉,在 80℃干燥 4 h 后,按《中华人民共和国药典》一九九〇年版二部附录第 15 页熔点测定法测定。

5.4 其他生物碱测定

5.4.1 试剂和溶液

碘化汞钾试液。

5.4.2 测定方法

取本品饱和溶液 10 mL,加几滴碘化汞钾试液不得发生沉淀。

5.5 砷的测定

按照 GB 8450 的砷斑法测定。

5.6 重金属的测定

5.6.1 按照 GB 8451 一法测定。

5.6.2 按照《中华人民共和国药典》一九九〇年版二部附录重金属检查法一法测定。

GB 8451 法作为仲裁测定法。

5.7 干燥失重的测定

5.7.1 测定方法

称取本品 1 g(准确至 0.000 2 g),置于已在 80℃干燥至恒重的称量瓶内,打开称量瓶盖,置于 80℃干燥箱中干燥至恒重。

5.7.2 分析结果的表述

干燥失重 x_2 (以质量百分数表示)按式(2)计算:

$$x_2 = \frac{(m_2 - m_3) \times 100}{m_2 - m_4} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_2 ——干燥前的样品和称量瓶的总质量,g;

m_3 ——干燥后的样品和称量瓶的总质量, g;

m_4 ——称量瓶质量, g。

5.8 炽灼残渣的测定

5.8.1 试剂

硫酸(GB 625)。

5.8.2 测定方法

称取本品 1 g(准确至 0.01 g),置于已在 700~800℃灼烧至恒重的瓷坩埚中,用小火缓缓加热至完全炭化。放冷后,加硫酸 0.5~1 mL 使湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,移入马福炉中,在 700~800℃灼烧至恒重。

5.8.3 分析结果的表述

炽灼残渣 x_3 (以质量百分数表示)按式(3)计算:

$$x_3 = \frac{(m_5 - m_6) \times 100}{m_7} \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_5 ——坩埚和残渣总质量, g;

m_6 ——坩埚质量, g;

m_7 ——样品质量, g。

5.9 易炭化物测定

5.9.1 试剂和溶液

5.9.1.1 硫酸(GB 625)。

5.9.1.2 氯化钴比色液:取氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)(GB 1270)65 g,溶于盐酸溶液(1→40)中,使成 1 000 mL,取该液 5.00 mL,置 250 mL 碘量瓶中,加入过氧化氢试液 5 mL 和氢氧化钠溶液(1→5) 15 mL,煮沸 10 min 冷却,加入 2 g 碘化钾和 20 mL 稀硫酸(1→4),俟沉淀溶解,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定释出的碘,至近终点时,加淀粉指示剂 3 mL,继续滴定至蓝色消失。用等量的同一试剂作空白,并作必要的校正,1 mL 硫代硫酸钠(0.1 mol/L)相当于 23.79 mg 氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。在剩余的原溶液中加入适量的盐酸溶液(1→10),使 1 mL 溶液中含有 59.5 mg 氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

5.9.1.3 三氯化铁比色液:取三氯化铁约 27.5 g,加适量的盐酸(GB 622)溶液(1→40)使溶解成 500 mL。量取 10.00 mL,置碘瓶中,加碘化钾(GB 1272)2 g 与盐酸 5 mL,密塞,在暗处静置 15 min,加水 100 mL,用硫代硫酸钠(GB 637)标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定,至近终点时,加淀粉指示剂 2 mL,继续滴定至蓝色消失。用等量的同一试剂作空白,并作必要的校正。1 mL 硫代硫酸钠(0.1 mol/L)相当于 27.03 mg 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。根据上述测定结果,在剩余的原溶液中加入适量的盐酸溶液(1→40),使 1 mL 溶液中含 45.0 mg 的三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

5.9.1.4 硫酸铜比色液:取 65 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)(GB 665)溶于盐酸溶液(1→40)中,使成 100 mL,取该液 10.00 mL,置 250 mL 碘量瓶中,加入水 40 mL、乙酸 4 mL、碘化钾 3 g 和盐酸 5 mL。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.1 mol/L)滴定释出的碘,至近终点时加 3 mL 淀粉指示剂继续滴定蓝色消失。用等量的相同试剂作空白,并作必要的校正。每 1 mL 0.1 mol/L 硫代硫酸钠相当于 24.97 mg 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。在剩余的原溶液中加入适量的盐酸溶液(1→40),使每 1 mL 溶液含 62.4 mg 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。

5.9.1.5 比色液:取氯化钴比色液 0.3 mL,三氯化铁比色液 0.6 mL,硫酸铜比色液 0.4 mL,加水稀释至 5 mL。

5.9.2 测定方法

取本品 0.5 g,加硫酸至 5 mL,振摇使溶解,溶液颜色不得较同体积比色液更深。

6 检验规则

6.1 本标准应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品符合标准的要求,每件出厂的产品都应附有产品合格证。

6.2 使用单位可按照本标准对所收到的产品进行质量检验。

6.3 取样量,按包装总件数 10% 随机取样,少于 10 件取 1 件。取样需备有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的样品瓶,瓶上贴有标签,注明产品名称、批号、生产厂名称和取样日期、取样人签名及必要的说明。

取样时,应用清洁适用的取样器,伸入每件包装的四分之三深度处,取足够量的样品等量混匀后,装入样品瓶中。每批产品取样 2 份,每份取样量应为全检所需样品的 3 倍量,一份送化验室,另一份应密封保存,以备仲裁分析用。

6.4 如果在检验中有一项指标不符合标准,应加倍取样件数,重新取样品进行核验,产品重新检验的结果有一项指标不符合标准时,则整批产品为不合格品。

6.5 如供需双方对产品质量发生异议,可由双方协商选定仲裁单位,按本标准进行仲裁。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 包装上应有牢固的标志,内容应包括:产品名称(标明“食品添加剂”字样)、批号、产品生产批文号、生产日期、净重、商标、生产厂名及贮存条件,并注明是含水产品或无水产品。

7.2 本品装于适当的容器内封存。包装应符合运输和贮藏的要求。每件包装的量可根据客户的要求而定。

7.3 运输时不得与有害物质混放、合运。防止重压、碰撞、曝晒、雨淋。

7.4 本品应遮光、密闭保存。不得与有毒、有害物质混存。

7.5 按规定包装,原包装保质期为三年。

附加说明:

本标准由国家医药管理局提出,由中国医药工业公司组织起草。

本标准由国家医药管理局天津药物研究院、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由东北制药总厂负责起草。

本标准主要起草人张绍雄、黄秋寅、程玉珠、韩长贵。