

中华人民共和国行业标准

食品添加剂

天然咖啡因

QB 2079—1995

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂天然咖啡因的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于以茶叶为原料，经加工萃取和升华提取的天然咖啡因，在食品工业中作为调味剂使用。

2 引用标准

中国药典一九九〇年版二部

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

GB 14758 食品添加剂 咖啡因

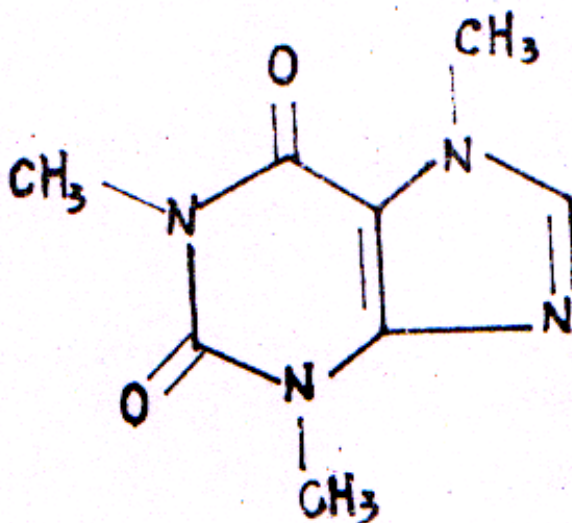
3 产品分类

化学名称：1, 3, 7-三甲基黄嘌呤

分子式： $C_8H_{10}N_4O_2$

摩尔质量：194.19（按1987年国际原子量表）

结构式：



4 技术要求

4.1 外观与特性

本品为白色粉末或白色有丝光的针状粉末，无臭、味苦。易溶于热水或氯仿，略溶于冷水、乙醇及丙酮，极微溶于乙醚中。

4. 2 理化指标见表 1。

表 1

项 目	指 标
含量 (以 $C_8H_{10}N_4O_2$ 计) %	99.0~101.5
熔点 $^{\circ}C$	235.0~237.0
其它生物碱	无沉淀产生
砷 (以 As 计) % \leq	0.0001
重金属 (以 Pb 计) % \leq	0.001
水分 % \leq	0.3
炽灼残渣 % \leq	0.1
易炭化物 \leq	比色液 D

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，均按中国药典一九九〇年版附录制备。

5. 1 鉴别

5. 1. 1 咖啡因的鉴别方法

按 GB 14758 鉴别试验方法进行。

5. 1. 2 天然咖啡因的鉴别方法

5. 1. 2. 1 试剂和溶液

- 氨水 (GB 631): 0.5% (V/V);
- 甲醇 (GB 683): 液相色谱用;
- 三氯甲烷 (GB 682);
- 茶碱 (分析纯) 适量, 制成每毫升含 0.01mg 的标准溶液;
- 合成咖啡因 (分析纯)。

5. 1. 2. 2 仪器

- 高效液相色谱仪: 紫外/可见光检测器, 数据处理机, Spherisorb C_{18} ($5\mu m$) 不锈钢色谱柱;
- 高速台式离心机: 最高转速 20000r/min;
- 分析天平 (感量 0.0001g)。

5. 1. 2. 3 色谱条件

- 检测器波长: 290nm;
- 色谱柱: Spherisorb C_{18} ($5\mu m$) $15cm \times \phi 16mm$ 不锈钢柱, 柱温 $35^{\circ}C$;
- 流动相: 甲醇加水 (1+4), 使用前超声波脱气;
- 流速: 1~8min 为 1ml/min, 8~9min 为 2ml/min, 9~15min 为 2ml/min, 15~16min 为 1ml/min;
- 纸速 1mm/mln; AUF=0.32, 衰减 2^6 ;
- 本试验中使用水均为去离子水。

5. 1. 2. 4 测定方法

分别称取天然咖啡因和合成咖啡因各 0.2g~0.5g (精确至 0.001g) 于 10.0ml 容量瓶中加入流动相溶解并稀释至刻度, 混合后再分别吸取 2.0ml 溶液于 10ml 具

塞试管内，加 0.5% 氨溶液 2 滴，混匀，加入三氯甲烷 2ml 振摇 1min，静置分层，取上层水溶液 1.0ml，以 8000rpm 离心 15min，待鉴定用。

同时按上述操作作空白试验。

分别取经处理后的天然咖啡因和合成咖啡因溶液 10 μ l 及标准茶碱溶液注入液相色谱仪中，得到各个咖啡因及茶碱的色谱图。

5.1.2.5 鉴别方法

5.1.2.5.1 合成咖啡因在 2.2min 处有吸收峰，而天然咖啡因在 2.2min 处无吸收峰（见图 1）。

5.1.2.5.2 合成咖啡因在 2.7min 处有吸收峰含有茶碱，而天然咖啡因在 2.7min 处无吸收峰不含茶碱（见图 1）。

5.1.2.5.3 天然咖啡因在 2.8min 处有吸收峰，而合成咖啡因在 2.8min 处无吸收峰（见图 2）。

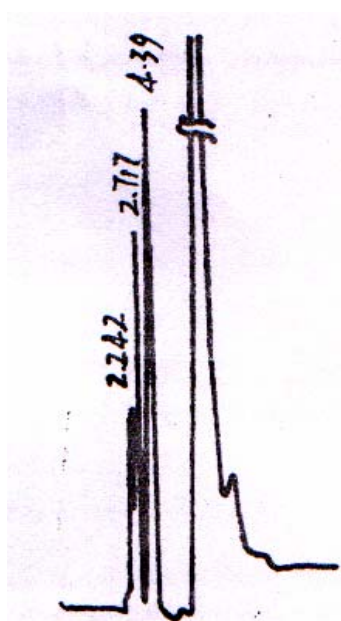


图 1 合成咖啡因色谱图

说明：1 在 2.2min 处有吸收峰。

2 在 2.7min 处有吸收峰，含有茶碱。

3 在 2.8min 处无吸收峰。

5.2 含量测定

5.2.1 I 法（仲裁法）

按 GB 14758 中 4.2 测定。

5.2.2 II 法

5.2.2.1 测定

精确称取标准咖啡因 0.1g（精确至 0.001g）用少量三氯甲烷溶解并定容 100ml，摇匀（即每毫升含咖啡因 1mg）。

吸取上述溶液 10ml，注入 100ml 容量瓶中用三氯甲烷定容，摇匀（即每 ml 含咖啡因 0.1mg）。

准确吸取 0.1mg/ml 标准溶液 0.1、0.3、0.5、0.7、1.0、1.5、2.0ml 分别置于 10ml 纳氏比色管中，加三氯甲烷至刻度，摇匀。使用紫外分光光度计，以

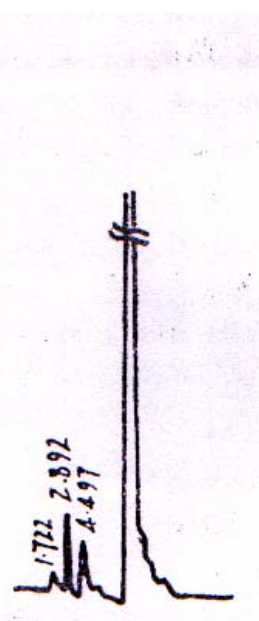


图 2 天然咖啡因色谱图

说明：1 在 2.2min 处无吸收峰。

2 在 2.7min 处无吸收峰，
不含茶碱。

3 在 2.8min 处有吸收峰。

三氯甲烷为参比液用 1cm 比色皿于 276nm 处测定吸光度并绘制标准曲线。

精确称取样品 0.1mg (精确至 0.001g), 按标准溶液的浓度范围配制溶液, 准确吸取样品液 0.5ml 和 1.0ml, 置于 10ml 纳氏比色管中, 加三氯甲烷至刻度, 摇匀。使用紫外分光光度计, 以三氯甲烷为参比液, 用 1cm 比色皿于 276nm 处测定吸光度。在标准曲线上查出相应的含量。

5.2.2.2 计算

$$X = \frac{S_1 + S_2}{I_1 + I_2} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: X——天然咖啡因含量, %;

$S_1 S_2$ ——两个样品 (0.5ml, 1.0ml) 测定后从标准曲线上查出的咖啡因含量, g;

I_1, I_2 ——标准曲线上相应的咖啡因含量, g。

所得结果以两次平行测定的算术平均值为准, 保留小数点后两位数字。

5.2.2.3 允许误差

两次平行测定结果允许误差为 1%。

5.3 熔点的测定

按 GB 14758 中 4.3 方法测定。

5.4 其它生物碱的测定

按 GB 14758 中 4.4 方法测定。

5.5 砷的测定

按 GB 8450 测定。

5.6 重金属的测定

按 GB 8451 测定。

5.7 水分的测定

按 GB 14758 中 4.7 方法测定。

5.8 炽灼残渣的测定

按 GB 14758 中 4.8 方法测定。

5.9 易炭化物的测定

按 GB 14758 中 4.9 方法测定。

6 检验规则

6.1 产品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均符合本标准要求。产品经最后混合具有均一性质量的产品为一批, 每批出厂的产品都应附有质量证明书。

6.2 取样方法

按产品批量随机取样, 每批量大于 300 件时 (每件 100g) 取 10 件。少于 300 件时取样不少于 3 件, 共取不少于 50g 样品。将取出样品迅速混合均匀, 分于二个清洁、干燥的磨口棕色玻璃瓶中, 一份供检验, 另一份密封保存备仲裁分析用。瓶上标明生产日期、品名、批号。

6.3 含量、熔点、水分、炽灼残渣为必检项目, 其他项目作不定期抽检。

6.4 如果检验中有一项指标不符合标准时, 应重新从两倍量以上的包装中取样进行复验, 产品经复验后即使有一项指标不符合标准则整批产品判为不合格品。

6.5 如供需双方对产品质量发生异议时, 由法定仲裁单位仲裁。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 包装上应贴有牢固的标签，标签上印有品名，并标明“食品添加剂”字样、生产许可证号、产品标准号、注册商标、毛重、净重、生产日期、保质期、批号、厂名、厂址。包装内装有成品检验合格证。

7.2 本产品包装内衬为食品用塑料袋，每袋净重 100g，外包装要求避光、密封。装入木箱或纸箱中。

7.3 运输时不得与有害物质混放合运。防止重压、曝晒、雨淋。

7.4 本品应避光、密闭保存。不得与有毒、有害物质混存。

7.5 本品在原包装条件下保质期为 3 年。

附加说明：

本标准由中国轻工总会食品造纸部提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由重庆华康生物化工厂、中国食品发酵工业研究所负责起草。

本标准主要起草人：成圣礼、刘莲芳、姜永煌、成锦遥、颜晓雯。