

QB

中华人民共和国行业标准

QB 2077~2079—95

食 品 添 加 剂

(5)

1995—03—27发布

1996—01—01实施

中国轻工总会 发布

食品添加剂 天然咖啡因

QB 2079—95

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

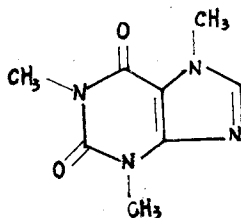
3 产品分类

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

a. 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;

b. 高速台式离心机: 最高转速20000r/min;

c. 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 $\times$ ϕ 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 $1\text{ml}/\text{min}$;

e. 纸速 $1\text{mm}/\text{min}$, $\text{AUF S} = 0.32$, 衰减 2^6 ;

f. 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 $0.2\text{g} \sim 0.5\text{g}$ (精确至 0.001g) 于 10.0ml 容量瓶中加流动相溶解并稀释至刻度, 混匀后再分别吸取 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 振荡 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 $10\mu\text{l}$ 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

5.2.2.5.1 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)。

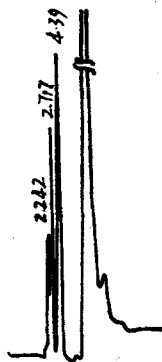


图1 合成咖啡因色谱图

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

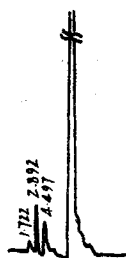


图2 天然咖啡因色谱图

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。

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

说明书。

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。