



中华人民共和国国家标准

GB/T 19182—2003/ISO 10095:1992

GB/T 19182—2003/ISO 10095:1992

咖啡 咖啡因含量的测定 高效液相色谱法

Coffee—Determination of caffeine content—
Method using high-performance liquid chromatography

(ISO 10095:1992, IDT)

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
咖啡 咖啡因含量的测定
高 效 液 相 色 谱 法

GB/T 19182—2003/ISO 10095:1992

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 12 千字
2003 年 11 月第一版 2003 年 11 月第一次印刷

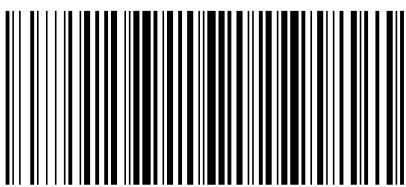
印数 1—1 000

*

书号: 155066 · 1-19968 定价 10.00 元
网址 www.bzcb.com

2003-06-04 发布

2003-12-01 实施



GB/T 19182-2003

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话 : (010)68533533

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 10095:1992《咖啡——咖啡因含量的测定——高效液相色谱法》。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由农业部热带作物及制品标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：华南热带农产品加工设计研究所。

本标准主要起草人：黄和、程雪梅、叶英。

本标准为首次发布。

b) 对于脱咖啡因咖啡或脱咖啡因的咖啡提取物,吸取从 8.3.4 获得的滤液 10.0 mL。

调节活塞,使溶液滴注,在液面刚降至低于二氧化硅面时关上活塞。

8.4.3 脱除不需要的化合物

首先打开活塞,加入 2.5 mL 氨溶液:甲醇的混合液(4.2),在液面刚刚降低于二氧化硅面时,关上活塞。再次加入 2.5 mL 混合液(4.2),使其完全流过柱。然后吹入约 30 mL 空气通过柱子,以便尽可能多地脱除混合液(4.2)。

注:在这个阶段的操作程序中,柱可能变成干涸。

8.4.4 咖啡因的洗提

将 10 mL 单标容量瓶置于柱的下端,打开活塞而且加入 7.5 mL(4.3)洗提溶剂,调节活塞使之滴注,让洗提溶剂完全流入容量瓶,用水加至刻度并摇匀内盛物。

8.5 高效液相色谱分析

8.5.1 仪器的调整

装配好色谱仪(5.1),按以下条件进行调整:

按所使用的柱(见 5.2)调流动相(4.4)的流速在 0.5 mL/min 至 1.5 mL/min 之间,柱(5.2)的温度在 40°C。

注:通过升高柱温也能改善峰值分离效果,但不能超过 60°C。

8.5.2 分析

在流动相(4.4)的流速和柱温稳定后,将从 8.4.4 所得的试液 10 μL 注入柱中,而后以等体积标准咖啡因溶液(4.8 或 4.9)注入柱中。

注:常规 Beer 法则,可以满足咖啡因的浓度大到 0.025 g/L,这个水平高于用本试验方法的咖啡因浓度,但这不会导致仪器的偏差,光度与咖啡因浓度校准曲线。

9 结果的表示

样品中咖啡因含量以每 100 g 干物质所含的克数表示:

9.1 用于普通焙炒咖啡、生咖啡或速溶咖啡粉:

$$\frac{A_x}{A_c} \times c_1 \times \frac{10 \times 100}{2 \times m_0 \times 1000} \times \frac{100}{R_s} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中:

A_x ——从试液中得到的咖啡因峰的面积;

A_c ——从标准咖啡因溶液中得到的咖啡因峰的面积;

c_1 ——标准咖啡因溶液的浓度(4.9),单位为克每升(g/L);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

R_s ——试样(见 8.1)干物质含量的质量百分率。

9.2 用于脱咖啡因的焙炒咖啡或生咖啡或咖啡粉:

$$\frac{A_x}{A_c} \times c_2 \times \frac{10 \times 100}{10 \times m_0 \times 1000} \times \frac{100}{R_s} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中:

c_2 ——标准咖啡因溶液的浓度(4.8),单位为克每升(g/L)。

10 精密度

10.1 重复性

在短期内,用相同的设备、相同的操作人员,并在同一实验室,用完全相同的试验材料进行试验,获得的两个单独试验的结果绝对误差,应不超过表 1 所列的数值。

咖啡 咖啡因含量的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定用高效液相色谱测定普通的和脱咖啡因的生咖啡和焙炒咖啡豆,以及普通的和脱咖啡因的咖啡抽提粉中的咖啡因含量的一种方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

ISO 1447:1978 生咖啡——水分含量的测定(常规法)

ISO 3726:1983 速溶咖啡——在 70°C 减压条件下减重的测定

ISO 4072 袋装咖啡取样

ISO 6670 衬里箱装速溶咖啡取样

ISO 6673:1983 生咖啡——在 105°C 下减重的测定

3 原理

将试料放入水中,加热至 90°C,在有氧化镁存在的条件下,抽提咖啡因并过滤,然后用苯基改性二氧化硅微柱将全部抽提液纯化。使用配有紫外检测器的高效液相色谱仪测定其咖啡因含量。

4 试剂

除非另有规定,只能使用确认的分析级试剂,以及蒸馏水或脱矿物质水或与之等效纯度的水。

4.1 甲醇,液相色谱级。

4.2 氨溶液(0.3 mol/L):甲醇,90:10 体积混合液。

4.3 洗提溶剂,纯化柱用,甲醇:水:乙酸,75:25:1 体积混合液。

4.4 流动相,甲醇:水,30:70 体积混合液。

取 600 mL 甲醇(4.1)倒入 2 L 单标容量瓶内,加水至刻度,混合后混合液用孔径为 0.45 μm 过滤器过滤。

4.5 乙醇:水,1:4 体积混合液。

4.6 氧化镁。

4.7 咖啡因储备液:相当于每升含 0.5 g 咖啡因溶液。称取 125 mg 咖啡因,精确至 0.1 mg,放入 250 mL 棕色玻璃容量瓶内,并用乙醇:水(4.5)加至半满,咖啡因溶解后,再加相同的乙醇:水混合液到刻度。

该溶液在冰箱内可保存一个月。

4.8 咖啡因标准溶液 A,相当于每升含 0.010 g 咖啡因,用于脱咖啡因的产品。

将储备液(4.7)加温至室温后,用吸移管(5.12)吸取 2 mL 移入 100 mL 单标容量瓶内,用水补充至刻度并摇匀。

该溶液于当日配制使用。