

团 体 标 准

T/GDFDTAEC 11-2025

雾化物中咖啡因含量的测定 高效液相色谱法

Determination of Caffeine in E-Atomization Material by HPLC

2025-12-12 发布

2025-12-12 实施

广东省食品药品审评认证技术协会 发布

目 次

前 言II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂和材料 1

6 仪器设备 2

7 试验步骤 2

8 结果计算与表述 3

9 精密度4

10 检出限与定量限 4

11 试验报告4

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由思维瑞科技（深圳）有限公司、深圳麦克韦尔科技有限公司提出。

本文件起草单位：思维瑞科技（深圳）有限公司、深圳麦克韦尔科技有限公司、中检（深圳）环境技术服务有限公司、华测检测认证集团股份有限公司。

本文件由广东省食品药品审评认证技术协会归口。

本文件主要起草人：孙红梅、黄慧丽、梅丹、任晓玲、潘容、马丽群、梁素宁、吴思婷、张竞雯、倪敏、卢乐平、周兵、王晓华、龙祥葆、艾湘贵、梁宇东、徐红蕾、朱梅娟、梁友。

本文件为首次发布。

雾化物中咖啡因含量的测定 高效液相色谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家相关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了雾化物中咖啡因含量的高效液相色谱测定方法。
本文件适用于液体形态的雾化物中咖啡因含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 41700-2022 电子烟

3 术语和定义

GB 41700-2022界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试样经50%甲醇-水溶液稀释后，经反相色谱柱分离，用紫外检测器检测，以保留时间定性，外标法定量。

5 试剂和材料

5.1 试剂

除非另有说明，仅使用分析纯试剂。

5.1.1 甲醇，色谱纯。

5.1.2 磷酸，分析纯。

5.1.3 水，GB/T 6682，一级。

5.2 试剂配制

5.2.1 50%甲醇-水溶液：量取 100 mL 甲醇（5.1.1）和 100 mL 水（5.1.3）于试剂瓶中，摇匀备用。

5.2.2 流动相 A: 0.1%磷酸水溶液。量取 1000 mL 水 (5.1.3), 加入 1 mL 磷酸 (5.1.2), 超声 5 min, 混匀。

5.3 标准品

咖啡因 ($C_8H_{10}N_4O_2$, CAS 58-08-2), 纯度 $\geq 99\%$ 。或经国家认证并授予证书的标准样品或标准物质。

5.4 标准溶液

5.4.1 标准储备液 (1.0 mg/mL): 准确称取咖啡因标准品 20 mg (精确至 0.1 mg) 于 20 mL 容量瓶中, 用甲醇 (5.1.1) 溶解定容。在 4°C 冰箱贮存, 有效期 6 个月。

5.4.2 标准中间液 I (100 $\mu\text{g/mL}$): 准确吸取 1.00 mL 咖啡因标准储备液 (5.4.1) 于 10 mL 容量瓶中, 用 50% 甲醇-水溶液 (5.2.1) 定容。在 4°C 冰箱贮存, 有效期 1 个月。

5.4.3 标准中间液 II (1 $\mu\text{g/mL}$): 准确吸取 1.00 mL 咖啡因标准中间液 I (5.4.2) 于 100 mL 容量瓶中, 用 50% 甲醇-水溶液 (5.2.1) 定容。临用现配。

5.4.4 系列标准工作溶液: 分别吸取咖啡因标准中间液 II (5.4.3) 0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 至 10 mL 容量瓶中, 用 50% 甲醇-水溶液 (5.2.1) 定容。该标准系列浓度分别为 0.020 $\mu\text{g/mL}$ 、0.050 $\mu\text{g/mL}$ 、0.100 $\mu\text{g/mL}$ 、0.200 $\mu\text{g/mL}$ 、0.500 $\mu\text{g/mL}$ 、1.000 $\mu\text{g/mL}$ 。临用现配。

注: 系列标准工作溶液可等效配制。

5.5 材料

滤膜: 0.45 μm , 有机系。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪: 配紫外检测器或二极管阵列检测器。

6.2 分析天平: 感量为 0.1 mg。

6.3 涡旋振荡器。

6.4 超声波清洗器。

7 试验步骤

7.1 试样处理

称取 0.1 g (精确到 0.001 g) 样品于 10 mL 容量瓶中, 用 50% 甲醇-水溶液 (5.2.1) 定容至刻度, 涡旋混匀, 经滤膜 (5.5) 过滤后待测。

7.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

a) 色谱柱: C18 色谱柱 (粒径 2.7 μm , 4.6 mm $\times$ 150 mm), 或等效色谱柱;

- b) 流动相：A 相为 0.1%磷酸水溶液（5.2.2）；B 相为甲醇（5.1.1），梯度洗脱程序见表 1；
- c) 流速：0.6 mL/min；
- d) 柱温：25℃；
- e) 进样量：10 μL；
- f) 检测波长：272 nm。

表 1 液相色谱的梯度洗脱条件

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	76	24
11.0	76	24
12.0	10	90
15.0	10	90
16.0	76	24
20.0	76	24

7.3 标准工作曲线绘制

7.3.1 将系列标准工作溶液（5.4.4）按液相色谱参考工作条件（7.2）进行测定，以标准工作溶液的浓度为横坐标、峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

7.3.2 咖啡因标准溶液色谱图参见附录 A 中的图 A.1。

7.3.3 每进行 20 次样品测定后，应加入一个中等浓度的标准工作溶液，如果测得值与原值相差超过 5%，则应重新制作标准工作曲线。

7.4 试样溶液的测定

将试样溶液注入液相色谱仪中，以保留时间定性，同时记录峰面积，根据标准曲线得到待测液中咖啡因的浓度，平行做 2 次试验。如果试样溶液浓度超过标准工作曲线范围，可对试样溶液进行稀释。

7.5 空白试验

在不加样品的情况下，重复 7.1 试验过程，进行空白试验。空白试样溶液测定值应小于方法检出限。

8 结果计算与表述

试样中咖啡因的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{c \times V}{m} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X——试样中咖啡因的含量，单位为微克每克（μg/g）；
- c——试样溶液中咖啡因的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- V——被测试样总体积，单位为毫升（mL）；
- m——称取试样的质量，单位为克（g）；
- f——稀释因子，无量纲。

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，结果保留小数点后 1 位。

9 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

10 检出限与定量限

本文件方法的检出限为 0.7 $\mu\text{g/g}$ ，定量限为 2.0 $\mu\text{g/g}$ 。

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 试验对象；
- b) 本文件的编号；
- c) 试验结果；
- d) 观察到的异常现象；
- e) 试验日期。

附 录 A

(资料性)

咖啡因标准溶液和试样高效液相色谱图

A.1 咖啡因标准溶液 (0.500 $\mu\text{g/mL}$) 高效液相色谱图见图 A.1。

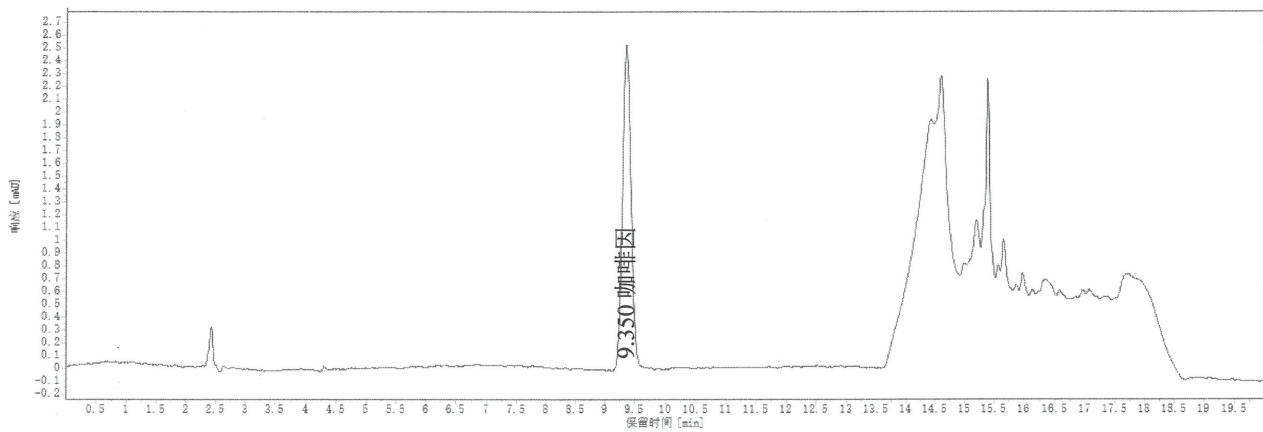


图 A.1 咖啡因标准溶液 (0.500 $\mu\text{g/mL}$) 高效液相色谱图

A.2 试样中咖啡因高效液相色谱图见图 A.2。

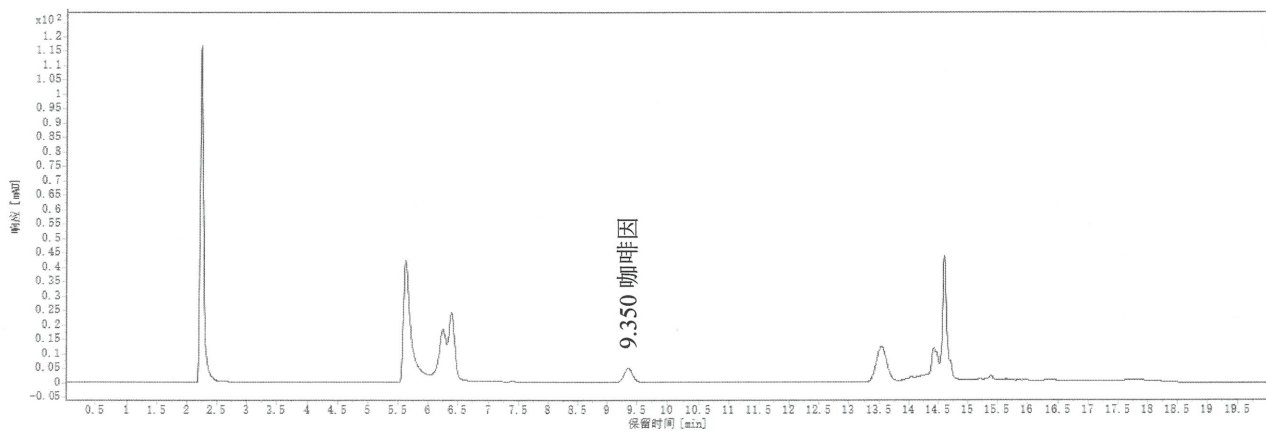


图 A.2 试样中咖啡因高效液相色谱图

