

团体标准

T/GDFDTAEC XX-2025

雾化物中咖啡因含量的测定 高效液相色谱法

Determination of Caffeine Content in E-Atomization Material by HPLC

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

广东省食品药品评审认证技术协会

发布

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、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制定。

本文件由广东省食品药品评审认证技术协会归口。

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。

本文件主要起草人：xxxxxxxxxxxxxx。

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

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 41700-2022 电子烟

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件术语和定义与 GB 41700-2022 中术语保持一致。

4 原理

雾化物用甲醇-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

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 微孔滤膜，水相，0.45 μm。

5.2 试剂配制

5.2.1 甲醇-水溶液（50:50，v/v）：量取 100 mL 甲醇和 100 mL 水于试剂瓶中，摇匀备用。

5.3 标准品

5.3.1 咖啡因（ $C_8H_{10}N_4O_2$ ，CAS 58-08-2），纯度≥99%。

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，用甲醇溶解定容。放置于 4℃冰箱，有效期为六个月。

5.4.2 标准中间液 I（100 μg/mL）：准确吸取 1.0 mL 咖啡因标准储备液（5.4.1）于 10 mL 容量瓶中，用水定容。放置于 4℃冰箱，有效期为一个月。

5.4.3 标准中间液 II（1 μg/mL）：准确吸取 1.0 mL 咖啡因标准中间液 I（5.4.2）于 100 mL 容量瓶中，用水定容。临用时配制。

5.4.4 标准工作溶液：分别吸取咖啡因标准中间液 II（5.4.3）0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 至 10 mL 容量瓶中，用水定容。该标准系列浓度分别为 0.020 μg/mL、0.050 μg/mL、0.100 μg/mL、0.200 μg/mL、0.500 μg/mL、1.000 μg/mL。临用时配制。备注：可等效配制。

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。

7 分析步骤

7.1 样品前处理

称取 0.1 g（精确到 0.001 g）样品于 10 mL 容量瓶中，用甲醇-水溶液（50:50，v/v）（5.2.1）定容至刻度，涡旋混匀，经 0.45 μm 微孔水相滤膜过滤后待测。

7.2 高效液相色谱条件

色谱柱：Agilent Poroshell 120 EC-C18（4.6 mm × 150mm，2.7 μm），或等效柱；

流动相 A，0.1%磷酸-水（v/v）；

流动相 B，甲醇；

流速：0.6 mL/min；

柱温：25℃；

进样量：10 μL；

检测波长：272nm；

梯度洗脱程序见表 1。

表 1 高效液相色谱仪淋洗梯度

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)	流速 (mL/min)
0	76	24	0.6

11.0	76	24	0.6
12.0	10	90	0.6
15.0	10	90	0.6
16.0	76	24	0.6
20.0	76	24	0.6

7.3 标准曲线制作

按照高效液相色谱条件（7.2）测定标准工作溶液（5.4.4），以目标化合物峰面积和浓度建立标准工作曲线（咖啡因标准溶液色谱图见附录 A 中的图 A.1）。

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 样品测定

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，平行测定次数不少于两次。

8 结果计算

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（ $\mu\text{g/g}$ ）；

c ——试样溶液中咖啡因的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

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，结果保留三位有效数字。

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 其他

本方法检出限为 $0.70 \mu\text{g/g}$ ，定量限为 $2.00 \mu\text{g/g}$ 。

附录 A

咖啡因标准溶液色谱图

图 A.1 为咖啡因标准溶液色谱图。

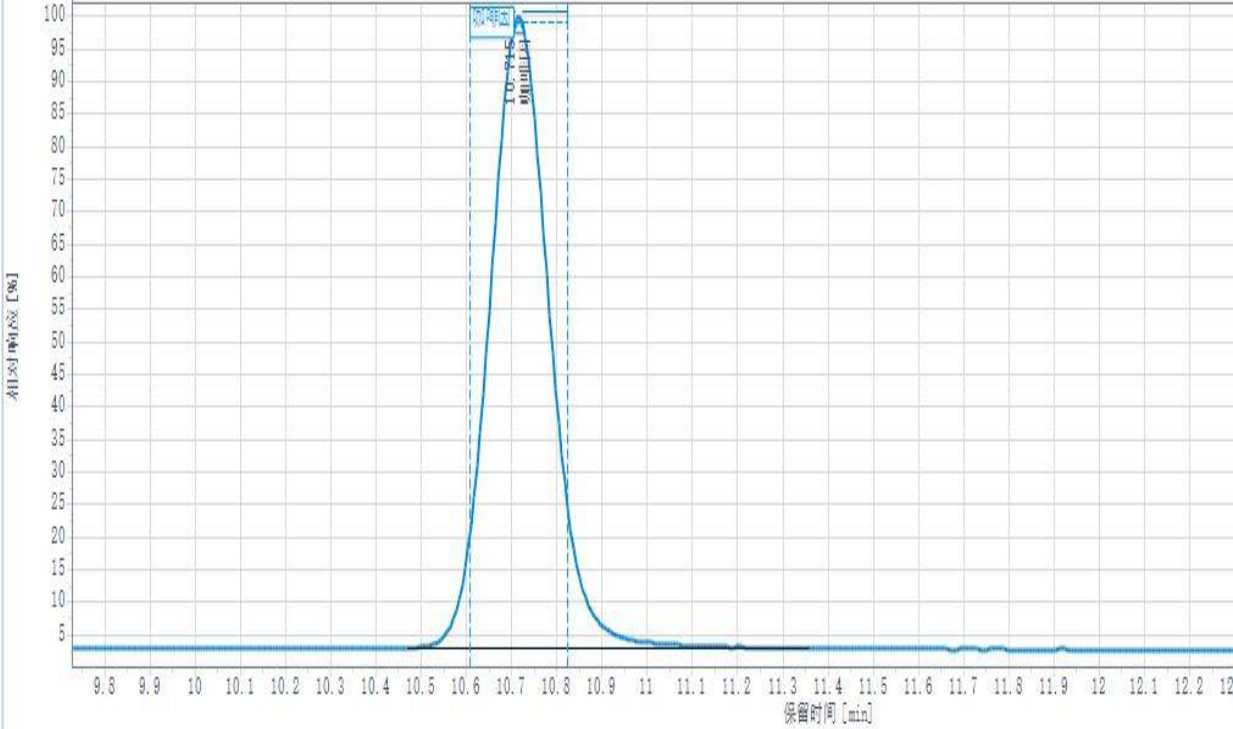


图 A.1 咖啡因标准溶液色谱图