



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۲۸۸۵

تجدید نظر اول

ISIRI

2885

1st.Revision

افزودنی های خوراکی - کافئین -
ویژگی ها و روش های آزمون

**Food Additives - Caffeine - Specifications
and test methods**

ICS:67.220.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
" افزودنی های خوراکی - کافئین - ویژگی ها و روش های آزمون "
(تجدیدنظر اول)

رئیس

اسحاقی، زرین
(دکترای شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه پیام نور

دبیران:

جهانیان، لیدا
(فوق لیسانس علوم و صنایع غذایی)

کانون انجمن های صنفی صنایع غذایی ایران

موسمی، محمد
(لیسانس علوم و صنایع غذایی)

شرکت صنایع غذایی دینا توس

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسکویی، مجتبی
(فوق لیسانس علوم و صنایع غذایی)

شرکت قهوه پارت سازان

بدرخانی، انوش
(لیسانس شیمی)

اداره نظارت بر مواد غذایی، آشامیدنی، آرایشی و بهداشتی خراسان
رضوی- آزمایشگاه کنترل مواد غذایی

بهشتی، سید حامد رضا
(دکترای داروسازی)

آزمایشگاه تستا

تیموری، حسین
(فوق لیسانس منابع طبیعی)

آزمایشگاه سورن تک توس

حمزه تاش، داریوش
(دکترای شیمی آلی)

شرکت اسانس و رنگ ابیض شیمی

خوشبخت فهیم، نیلوفر
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

آزمایشگاه تستا

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
" افزودنی های خوراکی - کافئین - ویژگی ها و روش های آزمون "
(تجدیدنظر اول)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	سمت و/ یا نمایندگی
سعادتیان، فرید (لیسانس علوم و صنایع غذایی)	شرکت نیسان شرق
طالبیان، فریده (لیسانس علوم و صنایع غذایی)	انجمن دارندگان نشان استاندارد
طباطبایی، محمد رضا (فوق لیسانس علوم و صنایع غذایی)	معاونت غذا و دارو دانشگاه علوم پزشکی مشهد
فکور جنتی، سمیه سادات (فوق لیسانس شیمی صنایع غذایی)	آزمایشگاه تستا
فیضی، جواد (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	آزمایشگاه تستا
قاسم پور، غلامرضا (فوق لیسانس مدیریت)	سازمان ملی استاندارد ایران
کامران، سمیه (لیسانس تغذیه)	سازمان ملی استاندارد ایران
منزوی، هاشمه (لیسانس شیمی)	سازمان ملی استاندارد ایران
میری قلعه نوعی، مینا (فوق لیسانس علوم و صنایع غذایی)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان خراسان رضوی
نصیری، بنفشه (لیسانس تغذیه)	سازمان ملی استاندارد ایران
یوسفی، مریم (لیسانس زیست شناسی، علوم جانوری)	کانون انجمن های صنفی صنایع غذایی ایران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ر	پیش گفتار
۱	۱ هدف
۱	۲ دامنه کاربرد
۱	۳ مراجع الزامی
۲	۴ اصطلاحات و تعاریف
۲	۵ ویژگی های کافئین
۳	۶ نمونه برداری
۳	۷ آماده سازی نمونه
۳	۸ روش های آزمون
۳	۸-۱ آزمون شناسایی
۴	۸-۲ حلالیت
۵	۸-۳ جذب مادون قرمز
۶	۸-۴ خلوص
۶	۸-۵ سرب
۶	۸-۶ آلکالوئیدهای دیگر
۷	۸-۷ نقطه ذوب
۷	۸-۸ مواد به آسانی کربنی شونده
۹	۸-۹ خاکستر سولفات
۱۰	۸-۱۰ آب
۱۱	۹ بسته بندی
۱۱	۱۰ نشانه گذاری
۱۱	۱۱ گزارش آزمون
۱۲	۱۲ پیوست الف (الزامی) طیف جذب مادون قرمز کافئین بی آب
۱۳	۱۳ پیوست ب (اطلاعاتی) محلول های مرجع
۱۴	۱۴ پیوست پ (اطلاعاتی) میزان حلالیت تقریبی

پیش گفتار

استاندارد " افزودنی های خوراکی - کافئین - ویژگی ها و روش های آزمون " نخستین بار در سال ۱۳۶۶ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی و تائید کمیسیون های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و دریکهزارو یکصدو پنجاهمین اجلاس هیته کمیته ملی خوراک و فرآورده های کشاورزی مورخ ۹۱/۳/۲ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه، ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران درمواقع لزوم تجدید نظرخواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۸۸۵ : سال ۱۳۷۳، ویژگی ها و روش های آزمون کافئین مورد مصرف در نوشابه می شود.

منابع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است :

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۲۸۸۵ : سال ۱۳۷۳، ویژگی ها و روش های آزمون کافئین مورد مصرف در نوشابه

- 2- www.who.int/entity/food_safety/chem/jecfa/glossary- Jecfa Glossary of Terms
- 3- British Pharmacopeia 2009
- 4- USP Pharmacopeia 2007
- 5- Food Chemicals Codex (F.C.C) – 2009
- 6- Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. *Combined Compendium of Food Additive Specifications*, Vol.4, Food and Agriculture Organization of The United Nations Rome, 2006.
- 7- Sigma Reference Standard

افزودنی های خوراکی - کافئین - ویژگی ها و روش های آزمون

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین ویژگی های فیزیکی، شیمیایی، بسته بندی، نشانه گذاری و روش های آزمون کافئین می باشد.

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد برای کافئین که به عنوان طعم دهنده در صنایع غذایی استفاده می شود، کاربرد دارد.

۳ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

- ۱-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۸۴۸، مواد افزودنی خوراکی - شیرین کننده های مجاز خوراکی - آسپارتام - ویژگی ها و روش های آزمون
- ۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۹۲۶۶، مواد غذایی - اندازه گیری مقدار سرب، کادمیم، مس، آهن و روی - روش طیف سنجی نوری جذب اتمی
- ۳-۳ استاندارد شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی ها و روش های آزمون
- ۴-۳ استاندارد شماره ۱۵۴، روش اندازه گیری آب با معرف کارل فیشر

اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود :

۱-۴

افزودنی خوراکی

افزودنی خوراکی ماده ای است که به عنوان غذا و به عنوان یکی از مواد اولیه غذایی مصرف نمی شود و ممکن است دارای ارزش غذایی و یا فاقد آن باشد. هدف از افزودن این ماده، کمک به تکنولوژی تولید غذا از قبیل فرآوری، آماده سازی، بسته بندی و حمل و نقل می باشد و در نهایت (به صورت مستقیم یا غیر مستقیم) تبدیل به بخشی از آن و یا مواد جانبی آن می شود که خصوصیات آن را تحت تاثیر قرار می دهد.

این تعریف شامل موادی که برای حفظ و یا بهبود خصوصیات تغذیه ای غذا افزوده می شوند و یا آلاینده ها نمی گردد.

۲-۴

شناسه عددی (CAS NO.)^۱

عددی است که توسط سازمان خدمات شیمیایی برای کلیه مواد شیمیایی در نظر گرفته شده است (این سازمان از سال ۱۹۵۷ شماره گذاری مواد شیمیایی را شروع کرد).

۳-۴

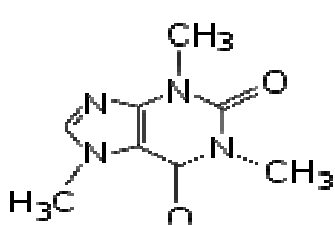
کافئین

کافئین یک گزانتین آلکالوئید بلورین، بدون بو و سفید رنگ با طعم تلخ است که بطور طبیعی در چای، قهوه، گیاه کولا و به مقدار کم در کاکائو وجود دارد. کافئین بطور عمده از برگ ها و برگچه های خشک شده گیاه کاملیا سیننسیس^۲ استخراج می شود. چنانچه کافئین با آب استخراج شود، یک مولکول آب تبلور به همراه دارد و اگر با اتر یا سایر حلال های آلی استخراج شود، فاقد آب تبلور خواهد بود.

۵ ویژگی های کافئین

مشخصات و ویژگی های فیزیکی، شیمیایی و فلزات سنگین موجود در کافئین، باید مطابق مندرجات جداول ۱، ۲ و ۳ باشد.

جدول ۱- مشخصات عمومی کافئین

۱	شناسه عددی	۲-۰۸-۵۸ C.A.S No. (بی آب) ۴-۱۲-۵۷۴۳ C.A.S No. (یک آب)
۲	مشخصات شیمیایی	نام شیمیایی ۷،۳،۱ تری متیل - H ^۱ - پورین - ۶،۲ (H ^۳ ، H ^۷) - دایون ^۳
		فرمول شیمیایی C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₂ (بی آب) C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₂ .H ₂ O (یک آب)
		وزن مولکولی ۱۹۴/۱۹ (بی آب) ۲۱۲/۲۱ (یک آب)
		فرمول ساختمانی  (یک آب)
^a 1,3,7 - trimethyl - 1H - purine - 2,6 (3H , 7H) - dione		

1-Chemical Abstracts Service Number

2-Camellia Sinensis (L) O.kunzye

جدول ۲- ویژگی های فیزیکی و شیمیایی کافئین

ردیف	ویژگی های فیزیکی و شیمیایی	حدود قابل قبول	روش آزمون
۱	ویژگی های ظاهری	بلور یا پودر سفید رنگ، بدون بو یا طعم تلخ	-
۲	حلالیت در آب و سایر حلال ها	محلول	مطابق بند ۷-۲
۳	طیف جذبی مادون قرمز	آزمون را بگذرانند (همخوانی طیف جذبی ارتعاش نمونه با استاندارد مرجع)	مطابق بند ۷-۳
۴	خلوص	کمینه ۹۸/۵ و بیشینه ۱۰۱ درصد بر مبنای ماده خشک	مطابق بند ۷-۴
۵	آلکالوئیدهای دیگر	عدم تشکیل رسوب	مطابق بند ۷-۶
۶	نقطه ذوب (نوع بی آب)	۲۳۵ تا ۲۳۷/۵ درجه سلسیوس	مطابق بند ۷-۷
۷	مواد به آسانی کربنی شونده	آزمون را بگذرانند	مطابق بند ۷-۸
۸	خاکستر سولفاته	بیشینه ۰/۱ درصد	مطابق بند ۷-۹
۹	میزان آب	بی آب : بیشینه ۰/۵ درصد آبدار : بیشینه ۸/۵ درصد	مطابق بند ۷-۱۰

جدول ۳- فلزات سنگین موجود در کافئین

ردیف	نام فلز سنگین	حدود قابل قبول (بر حسب میلی گرم در کیلوگرم)	روش آزمون
۱	سرب	بیشینه ۱	مطابق بند ۷-۵

۶ نمونه برداری

نمونه برداری از فراورده، باید مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۸۴۸، مواد افزودنی خوراکی - شیرین کننده های مجاز خوراکی - اسپارتام - ویژگی ها و روش های آزمون، انجام شود.

۷ آماده سازی نمونه

جهت انجام آزمایشات شناسایی کیفی، ابتدا نمونه را به صورت پودر کاملاً نرم درآورده و سپس از الک با اندازه چشمه ۵۰۰ میکرون عبور داده و از پودر زیر الک برای انجام آزمایشات استفاده کنید.

۸ روش های آزمون

یادآوری ۱- آب مورد استفاده باید دارای خلوص لازم بوده و ویژگی های آن مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی ها و روش های آزمون، باشد.

یادآوری ۲- فقط از واکنشگرهای با خلوص آزمایشگاهی استفاده نمایید مگر اینکه به طور اختصاصی قید شده باشد.

۱-۸ آزمون شناسایی

۱-۱-۸ مواد و / یا واکنشگرها (شناساگرها)

۱-۱-۸-۱ هیدروکلریدریک اسید

۲-۱-۱-۸ پتاسیم کلرات

۳-۱-۱-۸ محلول سدیم هیدروکسید یک نرمال

۴-۱-۱-۸ آمونیوم هیدروکسید ۶ نرمال

۲-۱-۸ وسایل

۱-۲-۱-۸ بوته چینی

۲-۲-۱-۸ حمام آب گرم (بن ماری)

۳-۲-۱-۸ ترازوی آزمایشگاهی با دقت ۰/۰۰۰۱ گرم

۳-۱-۸ روش انجام آزمون

در یک بوته چینی ۵۰ میلی گرم کافتین را در ۱۰ میلی لیتر هیدروکلریدریک اسید حل کرده و ۵۰۰ میلی گرم پتاسیم کلرات به آن بیافزایید. سپس بوته را روی حمام آب قرار دهید تا رطوبت آن تبخیر و خشک شود؛ به طوری که پس از خشک شدن، نمونه به صورت رسوب در دیواره و کف ظرف باقی بماند. بوته را روی ظرفی که حاوی چند میلی لیتر آمونیوم هیدروکسید ۶ نرمال است، برگردانید. در اثر بخارات آمونیوم هیدروکسید، در جداره بوته رنگ ارغوانی ایجاد خواهد شد که در اثر افزودن محلول سدیم هیدروکسید یک نرمال از بین می رود.

۲-۸ حلالیت

۱-۲-۸ اصول آزمون

میزان حلالیت، مطابق با جدول پیوست پ تعریف می گردد.

۲-۲-۸ مواد و / یا واکنشگرها (شناساگرها)

۱-۲-۲-۸ آب

۲-۲-۲-۸ اتانول

۳-۲-۲-۸ اتر

۴-۲-۲-۸ کلروفرم

۵-۲-۲-۸ استون

۳-۲-۸ وسایل

۱-۳-۲-۸ وسایل شیشه ای آزمایشگاهی

۴-۲-۸ روش انجام آزمون

یک گرم از نمونه را به چند بالن که هریک حاوی مقداری از حلال های مورد نظر (مطابق بند ۱-۲-۲-۸ تا ۵-۲-۲-۸) منتقل کنید و به مدت ۳۰ ثانیه تا ۵ دقیقه، آن را تکان دهید. قابلیت انحلال کافتین را مطابق جدول شماره ۴ مشخص کنید.

جدول ۴- قابلیت حل شوندگی یک گرم کافئین در حلال

شرایط	مقدار بر حسب میلی لیتر	حلال	ردیف
متعارفی	۵۰	آب	۱
۸۰ درجه سلسیوس	۵/۵	آب	۲
در حال جوش	۱/۵	آب	۳
معمولی	۷۵	اتانول	۴
۶۰ درجه	۲۲	اتانول	۵
معمولی	۵۰	استون	۶
معمولی	۶۰۰	اتر	۷
معمولی	۶	کلروفرم	۸

۳-۸ جذب مادون قرمز^۱

۱-۳-۸ اصول آزمون

اصول آزمون بر اساس مقایسه طیف مادون قرمز نمونه مورد آزمون با نمونه استاندارد مرجع می باشد.

۲-۳-۸ مواد و / یا واکنشگرها (شناساگرها)

۱-۲-۳-۸ استاندارد مرجع کافئین^۲

۲-۲-۳-۸ کلروفرم

۳-۲-۳-۸ پتاسیم برماید

۳-۳-۸ وسایل

۱-۳-۳-۸ دستگاه طیف سنج مادون قرمز و لوازم جانبی

۲-۳-۳-۸ وسایل شیشه ای آزمایشگاهی

۳-۳-۳-۸ ترازوی آزمایشگاهی با دقت ۰/۰۱ میلی گرم

۴-۳-۳-۸ دسیکاتور

۴-۳-۸ تهیه و آماده سازی نمونه ها

حدود ۵ تا ۱۵ میلی گرم کافئین کاملاً پودر و نرم شده را با حدود ۴۰۰ میلی گرم پودر پتاسیم برماید خالص و خشک به روش فیزیکی مخلوط کنید و سپس این مخلوط را به صورت پودر نرم و یکنواخت در آورید و با فشار زیاد توسط دستگاه پرس تحت فشار بصورت یک قرص نازک و شفاف در آورید. از استاندارد مرجع کافئین نیز به همین مقدار و روش قرص تهیه کنید.

یادآوری- انتخاب پتاسیم برماید به این دلیل است که این ماده در دامنه عدد موج های 650 cm^{-1} تا 4000 cm^{-1} هیچ پیکی در نمودار ایجاد نمی کند و این امکان را می دهد که از نمونه طیف کاملی به دست آورید. لذا برای طیف سنجی ترکیبات آلی بسیار مناسب می باشد.

1-Infrared Absorption

۲- کافئین از نوع خالص آزمایشگاهی است که در ظرف کاملاً بسته و غیر قابل نفوذ به رطوبت و به دور از نور خورشید نگهداری شود.

۵-۳-۸ روش انجام آزمون

دستگاه را طبق دستورالعمل سازنده، آماده کنید. طیف جذب نمونه باید دارای ویژگی های مشابه با طیف جذب استاندارد مرجع باشد. از منحنی های استاندارد (پیوست الف) نیز می توانید استفاده نمایید.

۴-۸ خلوص

۱-۴-۸ مواد و / یا واکنشگرها (شناساگرها)

۱-۱-۴-۸ استیک اسید بی آب غلیظ (گلاسیال)

۲-۱-۴-۸ تولوئن

۳-۱-۴-۸ پرکلریک اسید ۰/۱ نرمال

۲-۴-۸ وسایل

۱-۲-۴-۸ تجهیزات پتانسیومتر

۲-۲-۴-۸ وسایل شیشه ای آزمایشگاهی

۳-۴-۸ روش انجام آزمون

۱۷۰ میلی گرم نمونه پودر شده را در ۵ میلی لیتر استیک اسید بی آب، بوسیله گرم کردن حل کنید. سپس محلول را سرد کرده و مقدار ۱۰ میلی لیتر استیک اسید بی آب و ۲۰ میلی لیتر تولوئن به آن اضافه کنید. سپس توسط دستگاه پتانسیومتر، محلول را با پرکلریک اسید ۰/۱ نرمال تا رسیدن به نقطه پایانی تیتراژ کنید. درصد خلوص از رابطه (۱) به دست می آید:

$$(1) \quad 170 / (19/42 \times \text{میلی لیتر پرکلریک اسید } 0/1 \text{ N مصرفی} \times 100) = \text{درصد خلوص کافئین}$$

یادآوری- هر میلی لیتر پرکلریک اسید ۰/۱ نرمال معادل ۱۹/۴۲ میلی گرم کافئین ($C_8H_{10}N_4O_2$) می باشد.

هشدار- انجام مراحل آزمون، باید در زیر هود آزمایشگاهی انجام شود.

۵-۸ سرب

اندازه گیری میزان سرب فرآورده، باید مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۹۲۶۶، مواد غذایی- اندازه گیری مقدار سرب، کادمیم، مس، آهن و روی - روش طیف سنجی نوری جذب اتمی، انجام شود.

۶-۸ آلکالوئیدهای دیگر

۱-۶-۸ مواد و یا واکنشگرهای لازم

۱-۱-۶-۸ محلول پتاسیم- جیوه یدات TS^۱ (معرف مایر)

۱/۳۵۸ گرم مرکوریک کلراید^۲ را در ۶۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید. ۵ گرم پتاسیم یدید^۳ را نیز در ۱۰ میلی لیتر آب حل کنید. اکنون دو محلول را مخلوط نموده و با آب مقطر به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

1-Test Solution

2-HgCl₃

3-Potassium Iodide

۸-۶-۲ وسایل

۸-۶-۲-۱ وسایل شیشه ای آزمایشگاهی

۸-۶-۳ روش انجام آزمون

یک گرم کافئین را در ۵۰ میلی لیتر آب حل کرده و به ۵ میلی لیتر از این محلول، معرف مایر طبق بند ۸-۶-۱-۱ اضافه کنید. هیچگونه رسوبی نباید ایجاد گردد.

۸-۷-۷ نقطه ذوب

۸-۷-۱ روش اول

۸-۷-۱-۱ مواد و / یا واکنشگرها (شناساگرها)

۸-۷-۱-۱-۱ پارافین سبک جهت انتقال حرارت

۸-۷-۲ وسایل

۸-۷-۲-۱ مخزن شیشه ای مناسب جهت تهیه حمام مایع گرم

۸-۷-۲-۱-۲ وسایل شیشه ای آزمایشگاهی

۸-۷-۲-۱-۳ دماسنج با دقت ۰/۱ درجه سلسیوس با قابلیت اندازه گیری تا ۳۰۰ درجه سلسیوس

۸-۷-۲-۱-۴ منبع حرارتی قابل کنترل (سرعت افزایش دما بین ۰/۵ تا ۴ درجه سلسیوس در دقیقه)

۸-۷-۲-۱-۵ لوله موئین با طول حدود ۶ تا ۱۰ سانتی متر و قطر داخلی ۰/۸ تا ۱/۲ میلی متر و ضخامت دیواره ۰/۲ تا ۰/۳ میلی متر که یک انتهای آن به کمک حرارت مسدود شده است.

۸-۷-۳ تهیه و آماده سازی نمونه ها

نمونه را کاملاً پودر کنید و سپس به مدت ۴ ساعت در گرمخانه و در دمای ۸۰ درجه سلسیوس خشک کنید.

۸-۷-۴ روش انجام آزمون

تا ارتفاع ۲/۵ الی ۳/۵ میلی متری از انتهای بسته لوله موئین را با نمونه پر کنید و سطح بیرونی لوله را پاک کنید. اکنون لوله موئین را به دماسنج با بند پلاستیکی مقاوم به دما یا وسیله مناسب دیگر متصل کرده به طوری که بخش حاوی نمونه در انتهای لوله و در مجاورت مخزن دما سنج قرار گیرد. مخزن شیشه ای (بند ۸-۷-۱-۲-۱) را با پارافین سبک پر کنید. سپس با یک گیره، دما سنج و لوله موئین متصل به آن را در مرکز محفظه مایع طوری قرار دهید که انتهای لوله موئین تا ۳۰ میلی متر، زیر سطح پارافین سبک قرار گیرد. منبع حرارتی را روشن کنید و حرارت را طوری تنظیم کنید که سرعت افزایش درجه حرارت پارافین سبک که توسط دماسنج موجود در محفظه تعیین می شود، در حدود ۳ تا ۴ درجه سلسیوس در هر دقیقه باشد. صبر کنید تا دما به حدود ۳ درجه سلسیوس زیر نقطه ذوب تعریف شده (۲۳۵ تا ۲۳۷/۵ درجه سلسیوس) برسد و در این لحظه، سرعت افزایش دما را در محدوده یک تا ۲ درجه سلسیوس در دقیقه تنظیم کنید تا وقتی که نمونه به طور کامل ذوب شود. درجه حرارت نشان داده شده توسط دماسنج را یادداشت کنید. میانگین دو نتیجه آزمایش را بدست آورید. نتایج باید با دقت ۰/۱ درجه سلسیوس محاسبه و گزارش شوند.

۸-۷-۲ روش دوم

۸-۷-۲-۱ وسایل

۸-۷-۲-۱-۱ دستگاه اندازه گیری نقطه ذوب

۸-۷-۲-۱ روش آزمون

لوله مویینه بند ۸-۷-۱-۲-۵ را تا ارتفاع ۲/۵ الی ۳/۵ میلی متر از نمونه پر کرده و در دستگاه قرار دهید. دامنه نقطه ذوب دستگاه را تا حدود ± 20 درجه سلسیوس از نقطه ذوب نمونه تنظیم نمایید. سپس نقطه ذوب نمونه بوسیله آن تعیین می گردد.

۸-۸ مواد به آسانی کربنی شونده

۸-۸-۱ مواد و / یا واکنشگرها (شناساگرها)

۸-۸-۱-۱ سولفوریک اسید ۹۵ درصد

۸-۸-۱-۲ محلول مس سولفات TSC^۱

۶۵ گرم سولفات مس^۲ را در مقدار کافی مخلوط شامل ۲۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید و ۹۷۵ میلی لیتر آب حل کنید. سپس ۱۰ میلی لیتر از این محلول را به یک بالن ید^۳ ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و به آن ۴۰ میلی لیتر آب، ۴ میلی لیتر استیک اسید و ۳ گرم پتاسیم یدید اضافه نمایید. مقدار ید باقیمانده آزاد را به وسیله تیوسولفات سدیم ۰/۱ نرمال و معرف نشاسته (به عنوان شناساگر) تیترا کنید. حجم نهایی محلول را با افزودن مقدار کافی از مخلوط هیدروکلریک اسید و آب تا رسیدن به اینکه هر میلی لیتر از این محلول حاوی ۶۲/۴ میلی گرم سولفات مس باشد، تنظیم کنید.

یادآوری- هر میلی لیتر سدیم تیوسولفات ۰/۱ نرمال معادل ۲۴/۹۷ میلی گرم مس سولفات می باشد.

۸-۸-۱-۳ محلول آهن کلراید TSC

۵۵ گرم آهن کلراید^۴ را در مقدار کافی مخلوط شامل ۲۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید و ۹۷۵ میلی لیتر آب حل کنید. سپس ۱۰ میلی لیتر از این محلول را به یک بالن ید^۳ ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و به آن ۱۵ میلی لیتر آب و ۳ گرم پتاسیم یدید اضافه کنید و اجازه دهید تا این محلول برای مدت ۱۵ دقیقه بماند. محلول حاصل را با ۱۰۰ میلی لیتر آب رقیق کنید و ید باقیمانده آزاد را به وسیله سدیم تیوسولفات ۰/۱ نرمال و معرف نشاسته تیترا کنید. حجم نهایی محلول را با افزودن میزان کافی از مخلوط هیدروکلریک اسید و آب تا اینکه هر میلی لیتر این محلول حاوی ۴۵ میلی گرم آهن کلراید باشد، تنظیم کنید.

یادآوری- هر میلی لیتر سدیم تیوسولفات ۰/۱ نرمال معادل ۲۷/۰۳ میلی گرم آهن کلراید می باشد.

۸-۸-۱-۴ محلول آزمون هیدروژن پراکسید

محلولی است که حاوی ۲/۵ تا ۳/۵ گرم هیدروژن پراکسید (H₂O₂) در هر ۱۰۰ میلی لیتر می باشد.

یادآوری- این محلول ممکن است حاوی نگهدارنده های مناسب به میزان بیشینه ۰/۰۵ درصد باشد.

1-Colorimetric Test Solutions

2-CuSO₄.5H₂O

4-FeCl₃.6H₂O

۳- نوعی ارلن مایر درب دار جهت تعیین میزان ید

۵-۱-۸-۸ محلول کبالت کلراید TSC

۶۵ گرم کبالت کلراید^۱ را در مقدار کافی مخلوط شامل ۲۵ میلی لیتر هیدروکلریک اسید و ۹۷۵ میلی لیتر آب حل کنید. سپس ۵ میلی لیتر از این محلول را به یک بالن یدى ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و ۵ میلی لیتر محلول آزمون هیدروژن پراکسید و ۱۵ میلی لیتر محلول سدیم هیدروکسید ۲۰ درصد به آن اضافه کنید. اکنون بالن را به مدت ۱۰ دقیقه بجوشانید و پس از سرد کردن آن، ۲ گرم پتاسیم یدید و ۲۰ میلی لیتر سولفوریک اسید ۲۵ درصد اضافه کنید. وقتی رسوب حل شد، مقدار ید باقیمانده آزاد را به وسیله سدیم تیوسولفات ۰/۱ نرمال و معرف نشاسته تیترا کنید. حجم نهایی محلول را با افزودن میزان کافی از مخلوط هیدروکلریک اسید و آب تا اینکه هر میلی لیتر این محلول حاوی ۵۹/۵ میلی گرم کبالت کلراید باشد، تنظیم کنید.

یادآوری - هر میلی لیتر سدیم تیوسولفات ۰/۱ نرمال معادل ۲۳/۸ میلی گرم کبالت کلراید می باشد.

۶-۱-۸-۸ هیدروکلریک اسید

۷-۱-۸-۸ استیک اسید

۸-۱-۸-۸ پتاسیم یدید

۹-۱-۸-۸ سدیم تیوسولفات ۰/۱ نرمال

۱۰-۱-۸-۸ چسب نشاسته

یک گرم نشاسته را با ۱۰۰ میلی لیتر آب مخلوط نموده و برای چند دقیقه بجوشانید.

۱۱-۱-۸-۸ محلول سدیم هیدروکسید ۲۰ درصد

۱۲-۱-۸-۸ سولفوریک اسید ۲۵ درصد

۲-۸-۸ وسایل

۱-۲-۸-۸ وسایل شیشه ای آزمایشگاهی

۳-۸-۸ تهیه و آماده سازی نمونه ها

۱-۳-۸-۸ آماده سازی محلول مرجع^۲

۳/۷ حجم آب را با ۰/۴ حجم محلول مس سولفات TSC و ۰/۶ حجم محلول آهن کلراید TSC و ۰/۳ حجم محلول کبالت کلراید TSC در یک ظرف مناسب مخلوط کنید.

۴-۸-۸ روش انجام آزمون

۵۰۰ میلی گرم نمونه را در ۵ میلی لیتر سولفوریک اسید ۹۵ درصد حل کنید. سپس اجازه دهید تا نمونه برای مدت ۱۵ دقیقه باقی بماند. رنگ نمونه حاصل نباید تیره تر از رنگ محلول مرجع مربوطه (زرد مایل به قهوه ای خیلی روشن^۳) باشد.

یادآوری - جدول مربوط به محلول های مرجع، به صورت پیوست اطلاعاتی (پیوست ب) آورده شده است.

1-CoCl₂.6H₂O

2-Matching Fluid

3-Very Light Brownish-yellow

۹-۸ خاکستر سولفات

۱-۹-۸ مواد و / یا واکنشگرها (شناساگرها)

۱-۱-۹-۸ سولفوریک اسید غلیظ ۹۵ تا ۹۸ درصد

۲-۱-۹-۸ سولفوریک اسید رقیق (۱۰ درصد وزنی - حجمی از H_2SO_4)

۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر را در یک بشر بریزید و با احتیاط ضمن هم زدن آن، به آرامی ۵۷ میلی لیتر سولفوریک اسید ۹۵ تا ۹۸ درصد روی آن بریزید و سپس محلول به دست آمده را تا درجه حرارت اتاق خنک کنید و آن را به یک بالن حجمی یک لیتر منتقل کنید و با آب مقطر به حجم برسانید.

۲-۹-۸ وسایل لازم

۱-۲-۹-۸ کوره الکتریکی

۲-۲-۹-۸ ترازوی آزمایشگاهی

۳-۲-۹-۸ اجاق الکتریکی

۴-۲-۹-۸ دسیکاتور

۳-۹-۸ روش انجام آزمون

یک گرم از نمونه را (m) به یک بوته پلاتینی ۵۰ میلی لیتری یا ظرف مناسب دیگر که قبلاً به وزن ثابت رسیده است (m_1) منتقل کنید. سپس به مقدار کافی سولفوریک اسید رقیق شده به نمونه بیافزایید تا کاملاً مرطوب شود. مخلوط فوق را به آرامی حرارت دهید. از یک اجاق الکتریکی یا مشعل گازی یا یک لامپ مادون قرمز استفاده کنید تا زمانی که نمونه خشک و سوزانده شود. عمل حرارت دادن را تا زمانی که تمام مواد کربنی اکسیده شوند ادامه دهید. سپس نمونه را خنک کنید. پس از خنک شدن باقیمانده حاصل از سوختن را با ۰/۱ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ مرطوب کنید و دوباره تا خشک شدن کامل نمونه و از بین رفتن باقیمانده نمونه و سولفوریک اسید اضافی حرارت دهید. سپس بوته را در یک کوره الکتریکی در حرارت (80 ± 25) درجه سلسیوس به مدت ۱۵ دقیقه یا زمانی طولانی تر حرارت دهید تا محتویات آن به طور کامل بسوزد و خاکستر شود. بوته پلاتینی را در دسیکاتور قرار دهید تا خنک شود. سپس بوته را وزن کنید (m_2) و درصد خاکستر سولفات را با استفاده از رابطه (۲) محاسبه کنید:

$$\text{درصد خاکستر سولفات} = (m_2 - m_1) / m \times 100 \quad (2)$$

که در آن :

m_1 وزن بوته خالی؛

m_2 وزن بوته و خاکستر؛

m وزن نمونه.

۱۰-۸ آب

اندازه گیری میزان آب فراورده، مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۴، روش اندازه گیری آب با معرف کارل فیشر، انجام می شود.

۹ بسته بندی

کافئین باید در ظروف محکم و مناسب و غیرقابل نفوذ از نظر رطوبت بسته بندی شود.

۱۰ نشانه گذاری

روی بسته های این فرآورده ها ، موارد زیر باید بطور واضح، خوانا، با جوهر پاک نشدنی و غیرسمی، به زبان فارسی و در صورت صادرات، علاوه بر زبان فارسی، به زبان انگلیسی یا زبان مورد درخواست خریدار نوشته شده باشد :

- ۱-۱۰ نام و نوع فرآورده
- ۲-۱۰ عبارت " جهت مصرف غذایی "
- ۳-۱۰ دستورالعمل مصرف
- ۴-۱۰ شرایط نگهداری (دما و دمه)
- ۵-۱۰ میزان خلوص (وزنی یا حجمی)
- ۶-۱۰ نام و نشانی کامل تولید کننده و / یا صادرکننده و / یا وارد کننده
- ۷-۱۰ تاریخ تولید به (روز، ماه و سال)
- ۸-۱۰ شماره سری ساخت
- ۹-۱۰ تاریخ انقضاء قابلیت مصرف (روز، ماه و سال)
- ۱۰-۱۰ وزن خالص یا حجم خالص هر بسته برحسب سیستم متریک

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:

- ۱-۱۱ تمام اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه
- ۲-۱۱ تاریخ دریافت نمونه
- ۳-۱۱ تاریخ انجام نمونه
- ۴-۱۱ روش نمونه برداری بکار رفته
- ۵-۱۱ روش آزمون طبق استاندارد ملی ایران شماره
- ۶-۱۱ همه جزئیاتی که در این استاندارد مشخص نشده و از سوی آزمایشگاه بکار گرفته شده است و هر ان چه ممکن است روی نتایج آزمون تاثیر داشته باشد.
- ۷-۱۱ نام، نام خانوادگی و امضاء آزمایش کننده

پیوست الف

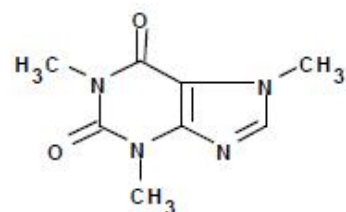
(الزامی)

طیف جذب مادون قرمز کافئین بی آب

CAFFEINE (ANHYDROUS)
SIGMA REFERENCE STANDARD

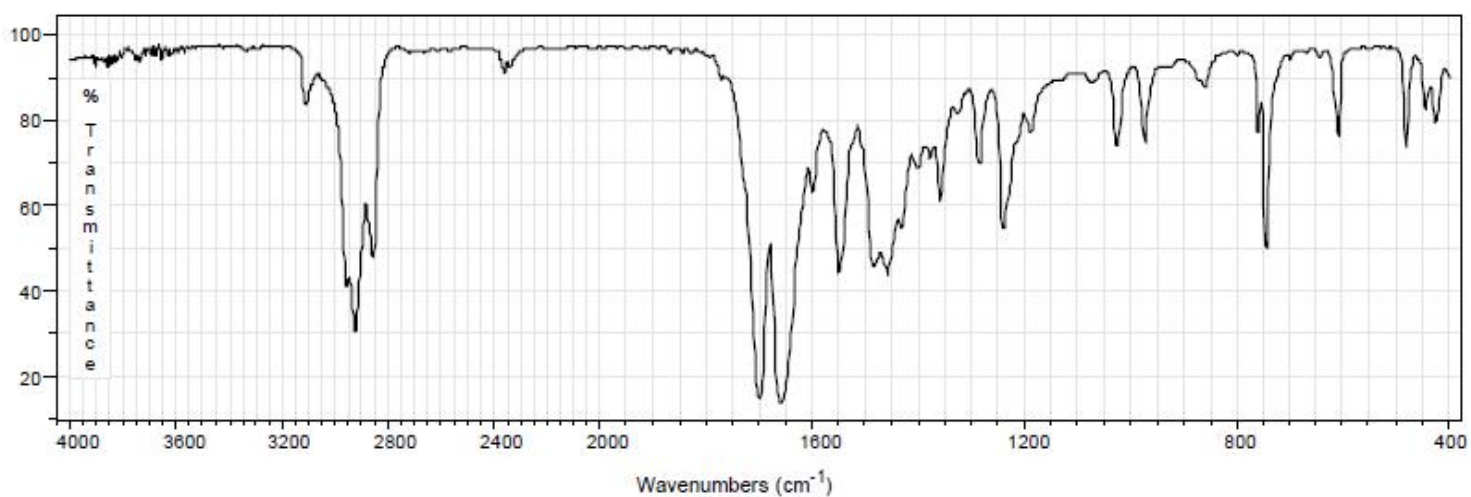
Product No. C1778

Lot 109H8813



INFRARED SPECTRUM

Mineral Oil dispersion



(اطلاعاتی)
محلول های مرجع

میزان حجم آب TSC	میزان حجم مس سولفات TSC	میزان حجم آهن کلراید TSC	میزان حجم کبالت کلراید TSC	محلول مرجع
۴/۴	۰/۱	۰/۴	۰/۱	A
۸/۵	۰/۳	۰/۹	۰/۳	B
۴/۲	۰/۱	۰/۶	۰/۱	C
۳/۷	۰/۴	۰/۶	۰/۳	D
۳/۱	۰/۳	۱/۲	۰/۴	E
۳/۵	۰/۰	۱/۲	۰/۳	F
۳/۱	۰/۲	۱/۲	۰/۵	G
۳/۳	۰/۰	۱/۵	۰/۲	H
۲/۳	۰/۱	۲/۲	۰/۴	I
۱/۰	۰/۱	۳/۵	۰/۴	J
۰/۰	۰/۰	۴/۵	۰/۵	K
۰/۳	۰/۱	۳/۸	۰/۸	L
۲/۸	۰/۱	۲/۰	۰/۱	M
۰/۰	۰/۱	۴/۹	۰/۰	N
۰/۰	۰/۱	۴/۸	۰/۱	O
۴/۳	۰/۱	۰/۴	۰/۲	P
۴/۴	۰/۱	۰/۳	۰/۲	Q
۴/۱	۰/۲	۰/۴	۰/۳	R
۴/۷	۰/۰	۰/۱	۰/۲	S
۳/۶	۰/۴	۰/۵	۰/۵	T

ب-۱ - طیف رنگی محلول های مرجع :

ب-۱-۱ محلول های A - D : زرد مایل به قهوه ای خیلی روشن

ب-۱-۲ محلول های E - L : زرد تا زرد مایل به قرمز

ب-۱-۳ محلول های M - O : زرد مایل به سبز

ب-۱-۴ محلول های P - T : صورتی روشن

پیوست پ
(اطلاعاتی)
میزان حلالیت تقریبی

ردیف	اصطلاح توصیف شده	قسمت حلال مورد نیاز برای یک قسمت از ماده حل شونده
۱	کاملاً محلول ^a	کمتر از ۱
۲	به راحتی محلول ^b	۱-۱۰
۳	محلول ^c	۱۰-۳۰
۴	قسمتی محلول ^d	۳۰-۱۰۰
۵	کمی محلول ^e	۱۰۰-۱۰۰۰
۶	بسیار کم محلول ^f	۱۰۰۰-۱۰۰۰۰
۷	نا محلول ^g	بیشتر از ۱۰۰۰۰
^a Very Soluble ^d Sparingly Soluble ^g Practically Insoluble or Insoluble ^b Freely Soluble ^e Slightly Soluble ^c Soluble ^f Very Slightly Soluble		

