Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

使用ACQUITY UPLC H-Class系统及沃特世饮料分析包对软饮料进行快速分析

Mark E. Benvenuti, Raymond Giska, and Jennifer A. Burgess
沃特世公司，美国马萨诸塞州米尔福德

应用亮点

- 一次7分钟的等度分析即可对6种添加剂进行定量分析
- 最简化的样品制备过程
- 预制备流动相和标准品
- 环保溶剂

沃特世解决方案

ACQUITY UPLC ® H-Class 系统和紫外检测器

饮料分析包 (PN 176002534)

ACQUITY ®系统，BEH苯基柱 (PN 186002885)

关键词

软饮料、饮料、流动相、碳酸钠、咖啡因、安赛蜜、阿斯巴甜、硫酸钾、苯甲酸钠

引言

软饮料市场是一个可为多家主要生产商带来利润回报的重要全球业务领域。为确保产品的稳定性并满足质控要求，必须对添加剂进行准确定量。 6种常用添加剂包括用作防腐剂的苯甲酸钠和山梨酸钾、安赛蜜、用作甜味剂的阿斯巴甜和糖精(无糖饮料)、咖啡因。根据某种饮料的具体配方，这些化合物可同时存在，也可部分存在。

在生产环境中，制造商需要样本制备步骤最少的简单而快速的分析技术。使用无害溶剂也很重要，这不仅可确保实验室人员的安全，而且能将废物处理成本降至最低。等度洗脱在保持分析方法简单性、消除再平衡步骤和实现循环使用流动相方面通常是可取的。虽然流动相再循环一般不用于分析实验室，但在生产环境中却常用来降低成本并实现相关技术需求的最小化。

我们在本文中介绍了ACQUITY UPLC® H-Class系统及沃特世(Waters®)饮料分析包的应用，其中包括预先配制好的醋酸盐缓冲乙醇洗脱液用不到7分钟的时间分离上述分析物的作用。在样品制备方面，仅需进行超声波降解(消除碳酸化)和过滤。

ACQUITY UPLC H-Class系统。

实验

液相条件

液相系统:	ACQUITY UPLC H-Class
运行时间:	7.0分钟
色谱柱:	ACQUITY UPLC BEH Phenyl1.7 µm、2.1 X 100 mm (PN 186002885)
柱温:	35 °C
流动相:	沃特世提供的饮料分析流动相(包含在PN为176002534的分析包内)
流速:	0.5 mL/min
进样量:	1 µL
紫外检测器波长:	214 nm

标准品制备:

将0.177 g安赛蜜、0.142 g糖精钠、0.102 g咖啡因、0.272 g苯甲酸钠、0.530 g阿斯巴甜和0.140 g山梨酸钾溶解于10%乙醇水溶液后再用该溶剂稀释至100 mL配制成标准品储备液。将该储备液用10%乙醇水溶液稀释6次，以配制表1所列出的一系列不同浓度标准品，用于进行多点校准。当需要进行单点校准时，应使用经验证的沃特世混合标准品。

该混合标准品是沃特世饮料分析包的一部分。此分析包提供6种分析物中5种的预混合型标准品。由于阿斯巴甜在溶液中随着时间的推移而降解，因此它以预称重固体的形式提供。制备标准品时仅需将预溶解的标准品混合液倒进装有阿斯巴甜固体的瓶内并重新盖上瓶盖，然后摇动试剂瓶，直至阿斯巴甜全部溶解为止。接着，分析物的最终混合溶液被转移到较小的进样瓶中进行分析。

样品制备:

两种无糖可乐(酸橙味和原味)以及两种水果味(柠檬味和柑橘味)无糖碳酸软饮料从当地一家食品店购得。对这些饮料进行超声波处理以消除碳酸化，并通过一个0.45 µm、13 mm PVDF滤膜进行过滤。

标准品	安赛蜜	糖精钠	咖啡因	苯甲酸钠	阿斯巴甜	山梨酸钾
1	35.4	28.4	20.4	54.4	106	28
2	70.8	56.8	40.8	108.8	212	56
3	88.5	71	51	136	265	70
4	177	142	102	272	530	140
5	354	284	204	544	1060	280
6	442.5	355	255	680	1325	350

表1. 软饮料标准品，单位mg/L。

结果和讨论

这6种目标分析物的分离情况如图2所示。所有分析物均达到基线分离。对同一浓度的质控标准品(表1所示的标准品3)进行了7次进样，分析数据的重现性见表2。所有分析物的保留时间%RSD不高于0.04%。当分析数据通过6点校准曲线进行定量时，每种分析物的含量测定值偏差不超过所有分析物实际含量的1%。当分析数据通过使用标准品3进行单点校准而定量时，每种分析物的含量测定值偏差也不超过所有分析物实际含量的1%。所有分析物的含量测定值%RSD不高于0.42%。这6种分析物的校准曲线如图3所示。所有化合物的R^2值均大于0.999。每种标准品进样三次。

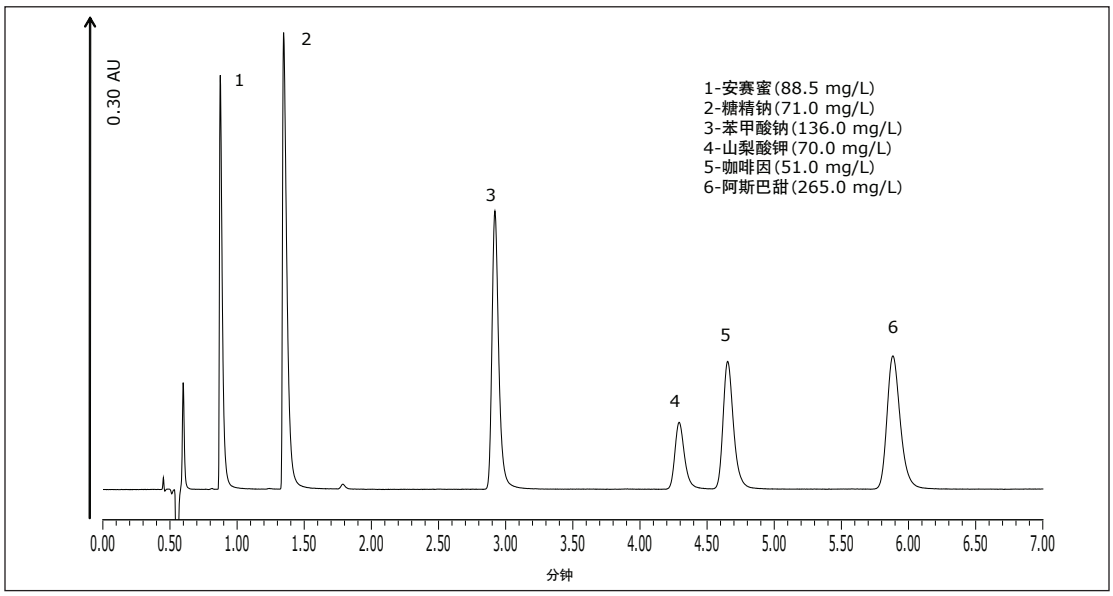

图2. 标准品3色谱图。

分析物	保留时间（分钟）	保留时间 %RSD	理论含量	含量测定值	含量 %RSD	偏差%
安赛蜜	0.87	0.04	88.5	89.0	0.24	0.56
糖精钠	1.35	0.03	71.0	71.3	0.21	0.42
苯甲酸钠	2.92	0.01	136.0	136.3	0.28	0.22
山梨酸钾	4.3	0.01	70.0	70.7	0.32	1.00
咖啡因	4.67	0.01	51.0	51.3	0.30	0.59
阿斯巴甜	5.90	0.01	265.0	265.4	0.42	0.15

表2. 某一浓度点质控标准品7次进样的重现性数据。

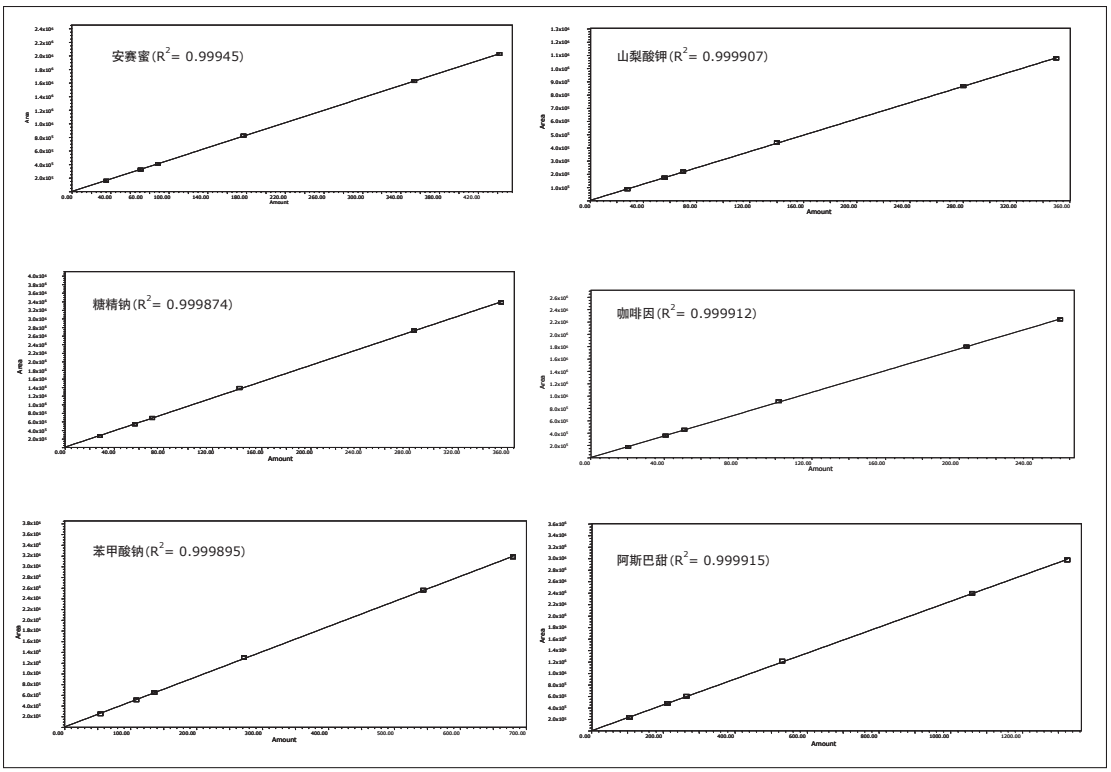

图3. 六种分析物的标准曲线。

为证明此方法适用于此类产品的常规分析，我们购买了四种产品。这些产品的色谱图如图4-图7所示。图4显示酸橙味无糖可乐含有这6种分析物中的4种：安赛蜜、山梨酸钾、咖啡因和阿斯巴甜。图5所示的原味无糖可乐也含有4种分析物，但苯甲酸钠替代山梨酸钾用作防腐剂。苯甲酸钠也用于柠檬味和柑橘味无糖饮料中，分别如图6和图7所示。在这四种产品中，柑橘味饮料是唯一不含咖啡因的产品。

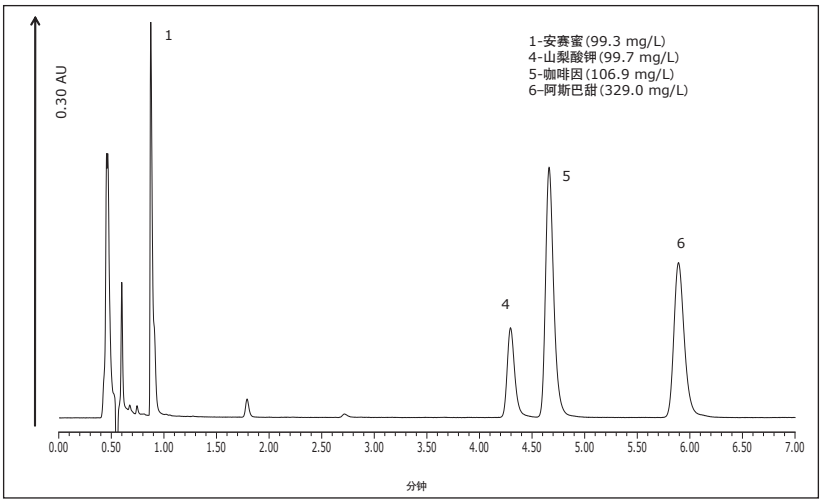

图4. 酸橙味无糖可乐色谱图。

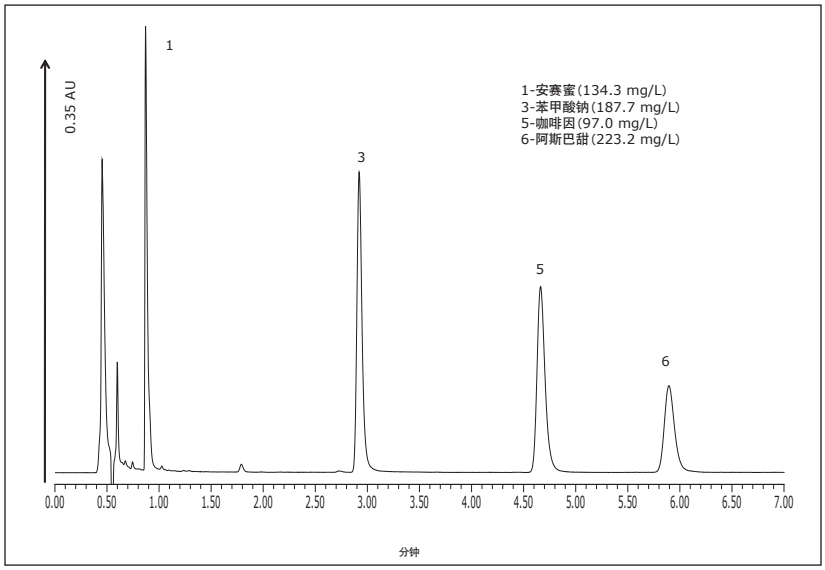

图5. 原味无糖可乐色谱图。

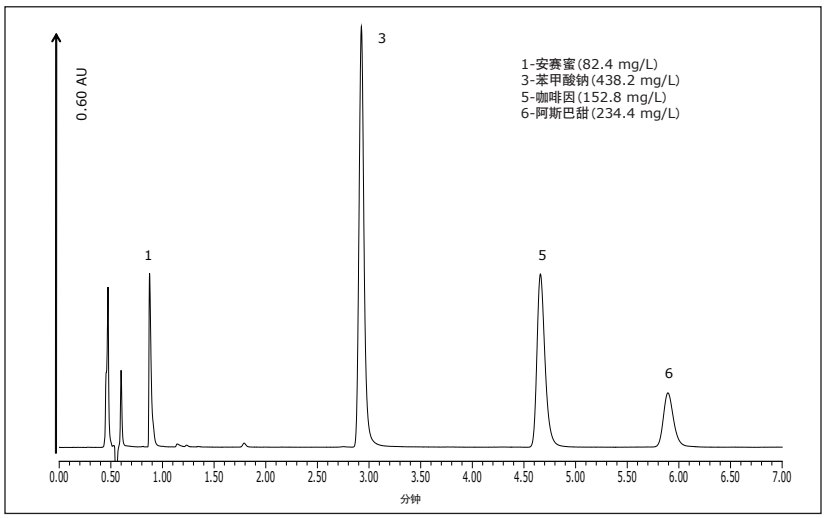

图6. 柠檬味无糖饮料色谱图。

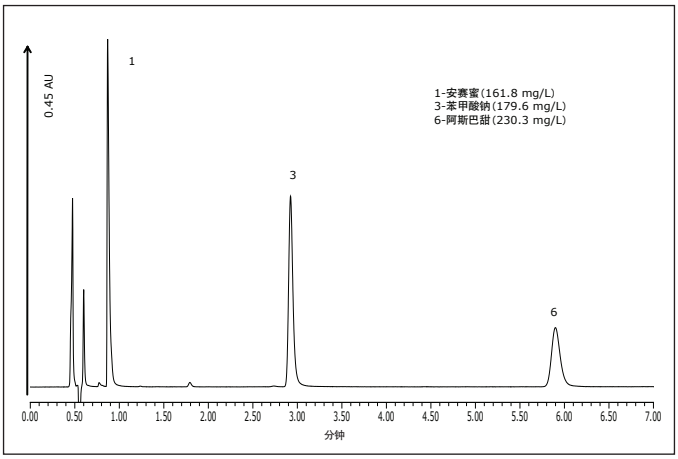

图7. 不含咖啡因的柑橘味无糖饮料色谱图。

在产品标示方面，上面所列出的观测结果与每种产品的成分表相符。咖啡因是这6种化合物中在产品标签上列出具体浓度的唯一化合物。全部三种含咖啡因饮料的咖啡因定量结果均不超过相应标签标称值的1.1%。

结论

此应用文献介绍了一种用于分析软饮料添加剂的快速而简单的方法。在生产环境中实施这种分析程序能提高工作场所的总体效率。

- 预制备沃特世饮料分析包不需提前配制任何流动相、清洗溶剂或标准品。
- 所需的样品制备步骤最简单，仅涉及超声波处理和过滤。
- 等度洗脱确保了方法易用性并且不需进行色谱柱再平衡。
- 无害溶剂的使用可确保分析人员和消费者的安全，使溶剂更加环保。
- 7分钟内即可得到准确而重现性良好的结果。

扫一扫，关注沃特世微信

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

Waters, ACQUITY, 和ACQUITY UPLC 是沃特世公司的注册商标。The Science of What's Possible 是沃特世公司的商标。
其他所有商标均归各自的拥有者所有。

©2011年 沃特世公司。印制于中国。2011年12月 720004016ZH AG-PDF

沃特斯中国有限公司
沃特世科技(上海)有限公司

北京：010 - 5209 3866
上海：021 - 6156 2666
广州：020 - 2829 5999
成都：028 - 6578 4990
香港：852 - 2964 1800

免费售后服务热线：800 (400) 820 2676
www.waters.com