

ICS 67.050

CCS C54

# T/GAIA

## 广东省分析测试协会团体标准

T/GAIA 018—2023

### 饮料中糖精钠的快速测定 激光拉曼光谱法

Rapid determination of saccharin sodium in beverages  
—Laser raman spectrometry

2023-12-25 发布

2023-12-28 实施

广东省分析测试协会

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 方法原理.....	1
5 试剂和材料.....	1
5.1 糖精钠.....	1
5.2 金纳米增强试剂.....	1
5.3 氯化钠 (NaCl).....	1
5.4 氯化钠溶液.....	2
6 仪器设备.....	2
6.1 激光拉曼光谱仪.....	2
6.2 涡旋振荡器.....	2
6.3 高速离心机.....	2
6.4 天平.....	2
7 分析步骤.....	2
8 结果计算与表示.....	2
8.1 定性分析.....	2
8.2 定量分析.....	3
8.3 平行试验.....	3
8.4 空白试验.....	3
8.5 结果计算.....	3
9 精密度和准确度.....	3
10 定量限.....	3
附录 A (资料性) 糖精钠标准品水溶液的表面增强拉曼光谱图.....	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有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广东省分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：湛江市食品药品检验所、广东海洋大学、阳春市检测检验中心、广州市从化区农产品质量安全监督检测中心。

本文件主要起草人：廖建萌、张爱榆、曾丹丹、罗志明、黄国方、陈铎奇、沈雨萍、邓旗、毕思远、徐杰伟。

# 饮料中糖精钠的快速测定激光拉曼光谱法

## 1 范围

本文件规定了激光拉曼光谱法快速测定饮料中糖精钠的方法。

本文件适用于碳酸饮料、果蔬汁饮料、蛋白饮料、茶饮料、咖啡饮料、植物饮料和风味饮料等液体饮料中的糖精钠含量的测定。

## 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 603 化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 27404 实验室质量控制规范

GB/T 40219 拉曼光谱仪通用规范

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 方法原理

不同物质具有与其分子结构相对应的特征拉曼光谱，其光谱强度同含量正相关。饮料样品经过稀释、离心，加表面增强拉曼光谱(SERS)增强试剂后，在 532 nm 发射波长下，进行拉曼光谱扫描。在糖精钠特征拉曼位移  $1015\text{ cm}^{-1}$  ( $\pm 3\text{ cm}^{-1}$ ) 下，通过样品中糖精钠含量与拉曼光谱强度的对应关系，以外标法定量。

## 5 试剂和材料

除有另外说明外，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 糖精钠 (Saccharin sodium,  $\text{C}_7\text{H}_4\text{NNaO}_3\text{S}$ , CAS 号: 128-44-9)，含量不低于 97%。

5.2 金纳米增强试剂：粒径范围：44-56 nm，或效果相当的其他表面增强试剂。

5.3 氯化钠 (NaCl)。

5.4 氯化钠溶液（10 g/L）：取氯化钠 1.0g，用水溶解并定容至 100mL。

5.5 糖精钠标准储备液（10 g/L）：准确称取 100 mg 糖精钠（5.1），用水溶解并定容至 10 mL 棕色容量瓶中，2~4℃避光保存，有效期 1 个月。

5.6 糖精钠标准工作液（1.0g/L）：准确移取 1.0 mL 糖精钠标准储备液（5.5），于 10mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，2~4℃避光保存，有效期 1 周。

5.7 标准工作曲线：准确移取 0.2 mL、0.5 mL 标准工作液（5.6）和 0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL 标准储备液（5.5）于 10 mL 棕色容量瓶中，用水稀释并定容，配制成浓度为 20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L 和 500 mg/L 的标准溶液。各取 1 mL 分别加入金纳米增强试剂（5.2）100  $\mu$ L，氯化钠溶液（5.3）40  $\mu$ L，旋涡混匀 5 min，立刻供激光拉曼光谱仪测定，以基峰强度为纵坐标，以浓度为横坐标，绘制标准曲线。

## 6 仪器设备

6.1 激光拉曼光谱仪：532 nm 激光波长通道。

6.2 涡旋振荡器。

6.3 高速离心机：10000 r/min。

6.4 天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。

## 7 分析步骤

### 7.1 样品制备与测定

称取 10 g（精确至 $\pm 0.01$  g）待测样品，10000 r/min 离心 5 min，准确移取上清液 1.0 mL 于 15 mL 离心管中，加入 100  $\mu$ L 金纳米增强试剂（5.2）和 40  $\mu$ L 氯化钠溶液（5.4），旋涡混匀 5 min，立刻上机测定。

### 7.2 仪器参考条件

532 nm 的通道下进行测试，激光效率 100%，扫描时间为 20000 ms。

## 8 结果计算与表示

### 8.1 定性分析

在相同实验条件下进行样品测定时，如果检出的光谱图与标准品  $704\text{ cm}^{-1}$ 、 $1015\text{ cm}^{-1}$ 、 $1145\text{ cm}^{-1}$  处特征拉曼光谱相一致，且偏差不得超过  $\pm 3\text{ cm}^{-1}$ ，则可判定样品中含有糖精钠，水中糖精钠表面增强拉曼光谱图参见附录 A。

## 8.2 定量分析

对测定的拉曼谱图进行基线调整和归一化处理，首先将测定的拉曼光谱数据进行基线调整，以  $1015\text{ cm}^{-1}$  ( $\pm 3\text{ cm}^{-1}$ ) 处的特征拉曼光谱峰作为定量基准峰，对糖精钠特征拉曼峰相对强度进行归一化处理，归一后得到的特征拉曼峰强度可根据当天测得的标准曲线进行定量。试样中待测糖精钠的响应值应在标准曲线  $20\text{--}500\text{ mg/L}$  的范围内，超过线性范围则应稀释后再进行分析。

## 8.3 平行试验

按试样分析步骤，对同一试样进行平行试验测定。

## 8.4 空白试验

除不加试样外，按试样分析步骤进行操作。

## 8.5 结果计算

试样中糖精钠的含量按式 (1) 计算：

$$X = P \times D \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X$ ---试样中糖精钠的含量，单位为毫克每升 (mg/L)；

$P$ ---从标准曲线中计算得到试样溶液的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

$D$ ---样品稀释倍数；

以平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

## 9 精密度和准确度

在重复性限条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

本方法添加浓度在  $20\text{ mg/L}$ ~ $500\text{ mg/L}$  时，回收率为 90%~115%。

## 10 定量限

本方法的定量限为： $20\text{ mg/kg}$ 。

附录 A  
(资料性)  
糖精钠标准品水溶液的表面增强拉曼光谱图

糖精钠标准品水溶液的表面增强拉曼光谱图见图 A

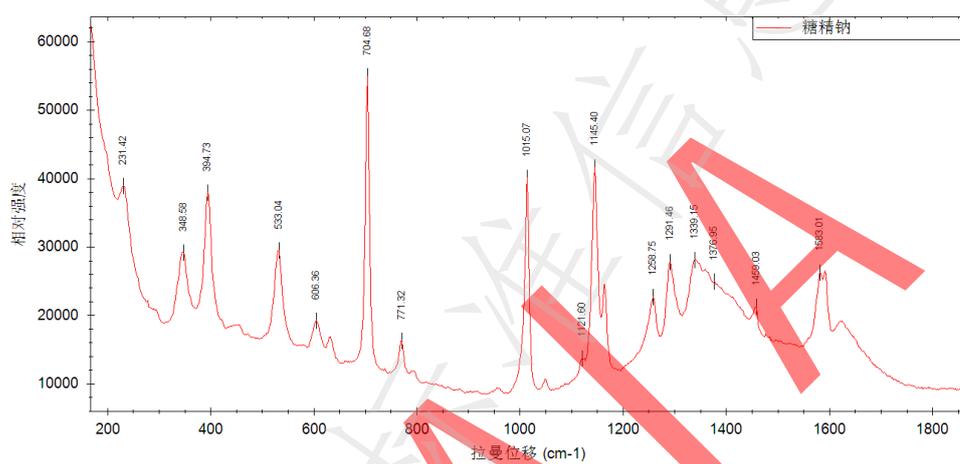


图 A 糖精钠标准溶液拉曼光谱图 (100 mg/L)

广东省分析测试协会团体标准  
饮料中糖精钠的快速测定 激光拉曼光谱  
法

T/GAIA 018—2023

\*

版权所有：广东省分析测试协会  
广州市先烈中路100号大院34栋4A-12-3  
网址：[www.gd-aia.org.cn](http://www.gd-aia.org.cn)

版权专有 侵权必究