中华人民共和国国家标准

GB 5009.16—××××

食品安全国家标准

食品中锡的测定

（征求意见稿）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局　发布

前　　言

本标准代替 GB 5009.16-2014《食品安全国家标准 食品中锡的测定》。

本标准与 GB 5009.16-2014 相比，主要变化如下：

——增加了电感耦合等离子体质谱法为第二法，电感耦合等离子体发射光谱法为第三法，修改了苯芴酮比色法为第四法；

——增加了方法检出限；

——修改了适用范围；

——修改了第一法氢化物原子荧光光谱法的试样消解。

食品安全国家标准
食品中锡的测定

1 范围

本标准规定了食品中锡的测定方法。

本标准第一法氢化物原子荧光光谱法、第二法电感耦合等离子体质谱法和第三法电感耦合等离子体发射光谱法适用于食品中锡的测定。第四法苯芴酮比色法适用于罐装固体食品、罐装饮料、罐装果酱、罐装婴幼儿配方及辅助食品中锡的测定。

第一法 氢化物原子荧光光谱法

2 原理

试样经消解后，在硼氢化钠的作用下生成锡的氢化物（SnH_4），并由载气带入原子化器中进行原子化，在锡空心阴极灯的照射下，基态锡原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与锡含量成正比，与标准系列溶液比较定量。

3 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

3.1 试剂

3.1.1 硫酸（H_2SO_4）：优级纯。

3.1.2 硝酸（HNO_3）：优级纯。

3.1.3 高氯酸（$HClO_4$）：优级纯。

3.1.4 硫脲（CH_4N_2S）。

3.1.5 抗坏血酸（$C_6H_8O_6$）。

3.1.6 硼氢化钠（$NaBH_4$）。

3.1.7 氢氧化钠（NaOH）。

3.2 试剂配制

3.2.1 硝酸-高氯酸混合溶液（4＋1）：量取 400 mL 硝酸和 100 mL 高氯酸，混匀。

3.2.2 硫酸溶液（1＋9）：量取 100 mL 硫酸，缓慢加入到 900 mL 水中，混匀。

3.2.3 硫脲＋抗坏血酸溶液：分别称取 15.0 g 硫脲和 15.0 g 抗坏血酸，溶于水中，并稀释至 100 mL。临用现配。

3.2.4 氢氧化钠溶液（5.0 g/L）：称取 5.0 g 氢氧化钠，溶于 1 L 水中，混匀。

3.2.5 硼氢化钠溶液（7.0 g/L）：称取 7.0 g 硼氢化钠，溶于 1 L 氢氧化钠溶液（5.0 g/L）中，混匀。临用现配。

3.3 标准品

锡标准溶液（1 000 mg/L）：或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的锡标准溶液。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 锡标准中间液（10.0 mg/L）：准确吸取锡标准溶液（1 000 mg/L）1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硫酸溶液（1＋9）定容至刻度，混匀。于 0 ℃～5 ℃下保存，有效期 1 个月。

3.4.2 锡标准使用液（1.00 mg/L）：准确吸取锡标准中间液（10.0 mg/L）10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硫酸溶液（1＋9）定容至刻度，混匀。于 0 ℃～5 ℃保存，有效期 1 个月。

3.4.3 锡标准系列溶液：分别吸取锡标准使用液（1.00 mg/L）0 mL、0.500 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 25 mL 容量瓶中，分别加入硫酸溶液（1＋9）5.00 mL、4.50 mL、3.00 mL、2.00 mL、1.00 mL、0.00 mL，加入硫脲＋抗坏血酸溶液 2.0 mL，再用水定容至 25 mL。此锡标准系列溶液的质量浓度分别为 0 μg/L、20.0 μg/L、80.0 μg/L、120 μg/L、160 μg/L、200 μg/L。临用现配。

4 仪器和设备

注：所有玻璃器皿均需硝酸溶液（1＋5）浸泡过夜，用自来水反复冲洗，最后用水冲洗干净。

4.1 原子荧光光谱仪：配锡空心阴极灯。

4.2 可调式控温电热器：控温范围为 90 ℃～250 ℃。

4.3 石墨消解装置：控温范围为 90 ℃～250 ℃，配玻璃消解管。

4.4 电子天平：感量为 1 mg。

4.5 样品粉碎设备：匀浆机、高速粉碎机。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 固态样品

5.1.1.1 干样

豆类、谷物、菌类、茶叶、干制水果、焙烤食品等低含水量样品，取可食部分，必要时经高速粉碎机粉碎均匀；对于固体乳制品、蛋白粉、面粉等呈均匀状的粉状样品，摇匀。

5.1.1.2 鲜样

蔬菜、水果、水产品等高含水量样品必要时洗净，晾干，取可食部分匀浆均匀；对于肉类、蛋类等样品取可食部分匀浆均匀。

5.1.1.3 速冻及罐头食品

经解冻的速冻食品及罐头样品，取可食部分（包括可食用液体部分）匀浆均匀。

5.1.2 液态样品

软饮料、液态调味品等样品摇匀。

5.1.3 半固态样品

搅拌均匀。

5.2 试样消解

5.2.1　称取样品 1.0 g～5.0 g（精确至 0.001 g）于玻璃消解器皿中，含乙醇或二氧化碳的样品先在 90 ℃加热 30 min 除去乙醇或二氧化碳，加入 10.0 mL 硝酸-高氯酸混合溶液（4＋1），加入 1.0 mL 硫酸，加盖放置 1 h 以上，于可调式控温电热器或石墨消解装置上消解。消解过程中消解液若变棕黑色，应立即取下放冷，适当补加硝酸-高氯酸混合溶液（4＋1），再继续消解。当消解液冒白烟并呈无色透明或略带黄色时，继续加热至剩余体积为 1 mL 左右，取下冷却，用水定容至 50 mL，混匀备用，得到试样溶液。根据试样溶液中锡的含量，需要时将试样溶液用水稀释至适当浓度，并补加一定量的硫酸溶液（1＋9），使最终试样溶液的硫酸浓度与标准系列相同。

5.2.2　吸取 10.0 mL 试样溶液，置于 25 mL 容量瓶中，加入 3.0 mL 硫酸溶液（1＋9），加入 2.0 mL 硫脲＋抗坏血酸溶液，再用水定容至 25 mL，混匀，得到试样待测液。

5.2.3　按 5.2.1、5.2.2 操作同时做空白试验，得到空白待测液。

5.3　仪器参考条件

原子荧光光谱仪分析参考条件：负高压：380 V；灯电流：70 mA；原子化温度：850 ℃；屏蔽气流量：1 200 mL/min；载气流量：500 mL/min；测量方式：标准曲线法；读数方式：峰面积；延迟时间：1 s；读数时间：15 s；加液时间：8 s；进样体积：2.0 mL。

5.4　标准曲线的制作

仪器预热稳定后，将标准系列溶液注入原子荧光光谱仪中，测定锡的荧光强度，以标准系列溶液中锡的浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标，绘制标准曲线。

5.5　试样溶液的测定

将空白待测液和试样待测液分别注入原子荧光光谱仪中，测定锡的荧光强度，根据标准曲线得到溶液中锡元素的浓度。

6　分析结果的表述

试样中锡含量按式（1）进行计算。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_1 \times f \times V_3}{m \times V_2 \times 1000} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中

X　——试样中锡含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

ρ　——试样待测液中锡的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

ρ_0　——空白待测液中锡的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

V_1　——试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

f　——试样溶液稀释倍数；

V_3　——试样待测液定容体积，单位为毫升（mL）；

m　——试样质量，单位为克（g）；

V_2　——试样待测液所吸取的试样溶液体积，单位为毫升（mL）；

1 000——换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

7　精密度

在重复性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%。

8 其他

当取样量为 1.0 g，试样溶液定容体积为 50 mL，试样待测液所吸取的试样溶液体积为 10.0 mL，试样待测液定容体积为 25 mL 时，方法的检出限为 0.8 mg/kg，方法的定量限为 2.5 mg/kg。

第二法　电感耦合等离子体质谱法

9 原理

试样经硝酸-盐酸混合酸消解后，形成锡稳定的溶液，由电感耦合等离子体质谱仪测定，以元素特定质量数（质荷比，m/z）定性，依据锡元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与锡元素的浓度成正比进行定量分析。

10 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

10.1 试剂

10.1.1 硝酸（HNO_3）：优级纯或更高纯度。

10.1.2 盐酸（HCl）：优级纯或更高纯度。

10.1.3 氩气（Ar）：氩气（≥99.995%）或液氩。

10.1.4 氦气（He）：氦气（≥99.995%）。

10.2 试剂配制

10.2.1 盐酸溶液（5＋95）：量取 50 mL 盐酸，缓慢加入到 950 mL 水中，混匀。

10.2.2 硝酸-盐酸混合溶液（5＋1＋94）：量取 50 mL 硝酸，缓慢加入到 940 mL 水中，混匀，再缓慢加入 10 mL 盐酸，混匀。

10.3 标准品

10.3.1 锡标准溶液（1 000 mg/L）：或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的锡标准溶液。

10.3.2 内标元素标准溶液（1 000 mg/L）：铑标准溶液，或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的的含铑多元素标准溶液。

10.4 标准溶液配制

10.4.1 锡标准中间液（10.0 mg/L）：准确吸取锡标准溶液（1 000 mg/L）1.00 mL 于 1 00 mL 容量瓶中，用盐酸溶液（5＋95）定容至刻度，混匀。于常温保存，有效期 1 个月。

10.4.2 锡标准使用液（1.00 mg/L）：准确吸取锡标准中间液（10.0 mg/L）10.0 mL 于 1 00 mL 容量瓶中，用盐酸溶液（5＋95）定容至刻度，混匀。于常温保存，有效期 1 个月。

10.4.3 锡标准系列溶液：分别吸取锡标准使用液（1.00 mg/L）0 mL、0.250 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硝酸-盐酸混合溶液（5＋1＋94）定容至刻度，混匀。此锡标准系列溶液的质量浓度分别为 0 μg/L、2.50 μg/L、5.00 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L 和 50.0 μg/L。临用现配。

注：可根据仪器的灵敏度及样品中锡的实际含量确定标准系列溶液中锡元素的质量浓度范围。

10.4.4　内标使用液：吸取适量内标元素标准溶液，用硝酸-盐酸混合溶液（5＋1＋94）逐级稀释配成适当浓度的内标使用液。内标溶液可采用手动定量加入标准系列及样品溶液中，也可由仪器在线加入，内标与样品溶液混合后，内标的参考浓度约为 10 μg/L～100 μg/L。

11　仪器和设备

注：所有玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需硝酸溶液（1＋5）浸泡过夜，用自来水反复冲洗，最后用水冲洗干净。

11.1　电感耦合等离子体质谱仪。

11.2　分析天平：感量 1 mg。

11.3　可调式控温电热器：控温范围为 80 ℃～100 ℃。

11.4　微波消解系统：配聚四氟乙烯消解内罐。

11.5　压力消解罐：配聚四氟乙烯消解内罐。

11.6　恒温干燥箱：控温范围为 140 ℃～160 ℃。

11.7　样品粉碎设备：匀浆机、高速粉碎机。

12　分析步骤

12.1　试样制备

同 5.1。

12.2　试样消解

12.2.1　微波消解法

称取样品 0.2 g～0.5 g（精确至 0.001 g，含水分较多的样品可适当增加取样量至 1 g）或准确移取液体试样 0.500 mL～3.00 mL 于微波消解内罐中，含乙醇或二氧化碳的样品先在 90 ℃加热 30 min 除去乙醇或二氧化碳。加入 5 mL～7 mL 硝酸，室温下加盖放置 1 h 以上，加入 1 mL 盐酸并尽快旋紧罐盖，按照微波消解仪标准操作步骤进行消解（消解参考条件见附录 A 表 A.1）。冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，用少量水冲洗内盖，将消解罐放在可调式控温电热器上，于 90℃加热 30 min，用水转移并定容至 50 mL，混匀备用。同时做空白试验。

12.2.2　压力罐消解法

称取样品 0.2 g～1 g（精确至 0.001 g，含水分较多的样品可适当增加取样量至 2 g）或准确移取液体试样 0.500 mL～5.00 mL 于消解内罐中，含乙醇或二氧化碳的样品先在 90 ℃加热 30 min 除去乙醇或二氧化碳。加入 5 mL～7 mL 硝酸，室温下放置 1 h 以上，加入 1 mL 盐酸并尽快旋紧不锈钢外套，放入恒温干燥箱消解，于 140 ℃～160 ℃消解 4 h～5 h，冷却后，缓慢旋松不锈钢外套，将消解内罐取出并放在可调式控温电热器上，于 90 ℃加热 30 min，用水转移并定容至 50 mL，混匀备用。同时做空白试验。

12.3　仪器参考条件

锡的同位素推荐选择 ^{118}Sn，内标元素推荐选择 ^{103}Rh；射频功率 1 550 W；等离子气流速 15.0 L/min；载气流速 1.00 L/min；辅助气流速 0.90 L/min；采样深度 10 mm；分析模式为碰撞反应池模式；氦气流速 4.5 mL/min；重复 2 次～3 次；冲洗时间 60 s，冲洗溶液采用硝酸-盐酸混合溶液（5＋1＋94）。

注：锡的部分化合物容易水解形成不溶物残留在管路里，为了避免水解并减少冲洗时间，宜采用含一定浓度盐酸的溶液冲洗管路。

12.4 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别注入电感耦合等离子体质谱仪中，测定锡元素和内标元素的信号响应值，以标准系列工作液中锡元素的浓度为横坐标，锡元素与内标元素响应信号值的比值为纵坐标，绘制标准曲线。

12.5 试样溶液的测定

将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体质谱仪中，测定锡元素和内标元素的信号响应值，根据标准曲线得到待测液中锡元素的浓度。如试样溶液中锡含量超出标准曲线范围，则用硝酸-盐酸混合溶液（5＋1＋94）进行稀释。

注：如内标采用手动定量加入，试样稀释液应补加内标元素，使得试样稀释液中的内标元素浓度与标准系列工作液的内标元素浓度一致。

13 分析结果的表述

试样中锡的含量按公式（2）计算：

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m \times 1000} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

X ——试样中锡的含量，单位为毫克每千克或毫克每升（mg/kg 或 mg/L）；

ρ ——试样溶液中锡的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

ρ_0 ——空白溶液中锡的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

V ——试样溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；

f ——试样溶液稀释倍数；

m ——试样称样量或移取体积，单位为克或毫升（g 或 mL）；

1 000——换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

14 精密度

样品中各元素含量大于 1 mg/kg（或 mg/L）时，在重复性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%；小于或等于 1 mg/kg（或 mg/L）时，在重复性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 15%。

15 其他

当取样量为 0.5 g（或 0.5 mL），定容体积为 50 mL 时，方法的检出限 0.08 mg/kg（或 0.08 mg/L），定量限 0.25 mg/kg（或 0.25 mg/L）。

第三法 电感耦合等离子体发射光谱法

16 原理

试样经硝酸+盐酸混合酸消解后，形成锡稳定的溶液，由电感耦合等离子体发射光谱仪测定，以锡元素的特征谱线波长定性，依据锡元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量分析。

17 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

17.1 试剂

17.1.1 硝酸（HNO_3）：优级纯或更高纯度。

17.1.2 盐酸（HCl）：优级纯或更高纯度。

17.1.3 氩气（Ar）：氩气（≥99.995%）或液氩。

17.2 试剂配制

17.2.1 盐酸溶液（5＋95）：量取 50 mL 盐酸，缓慢加入到 950 mL 水中，混匀。

17.2.2 硝酸-盐酸混合溶液（5＋1＋94）：量取 50 mL 硝酸，缓慢加入到 940 mL 水中，混匀，再缓慢加入 10 mL 盐酸，混匀。

17.3 标准品

锡标准溶液（1 000 mg/L）：或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的锡标准溶液。

17.4 标准溶液配制

17.4.1 锡标准使用液（10.0 mg/L）：准确吸取锡标准溶液（1 000 mg/L）1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液（5＋95）定容至刻度，混匀。于常温保存，有效期 1 个月。

17.4.2 锡标准系列溶液：分别吸取锡标准使用液（10.0 mg/L）0 mL、0.250 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 和 10.0 mL 于 100 mL 容量中，用硝酸-盐酸混合溶液（5＋1＋94）定容至刻度，混匀。此锡标准系列溶液的质量浓度分别为 0 mg/L、0.0250 mg/L、0.100 mg/L、0.200 mg/L、0.500 mg/L 和 1.00 mg/L。临用现配。

注：可根据仪器的灵敏度及样品中锡的实际含量确定标准系列溶液中锡元素的质量浓度范围。

18 仪器和设备

注：所有玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需硝酸溶液（1＋5）浸泡过夜，用自来水反复冲洗，最后用水冲洗干净。

18.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

18.2 分析天平：感量 1 mg。

18.3 可调式控温电热器：控温范围为 80 ℃～100 ℃。

18.4 微波消解系统：配聚四氟乙烯消解内罐。

18.5 压力消解罐：配聚四氟乙烯消解内罐。

18.6 恒温干燥箱：控温范围为 140 ℃～160 ℃。

18.7 样品粉碎设备：匀浆机、高速粉碎机。

19 分析步骤

19.1 试样制备

同 5.1。

19.2 试样消解

19.2.1 微波消解法

同 12.2.1。

19.2.2 压力罐消解法

同 12.2.2。

19.3 仪器参考条件

锡的分析谱线波长推荐选择 189.92 nm；观测方式为轴向；射频功率 1.2 kW；等离子气流量 12 L/min；雾化气流量 0.7 L/min；辅助气流量 1 L/min；重复 2 次～3 次；冲洗时间 30 s，冲洗溶液采用硝酸-盐酸混合溶液（5＋1＋94）。

注：锡的部分化合物容易水解形成不溶物残留在管路里，为了避免水解并减少冲洗时间，宜采用含一定浓度盐酸的溶液冲洗管路。

19.4 标准曲线的制作

将标准系列工作溶液注入电感耦合等离子体发射光谱仪中，测定锡元素分析谱线的强度信号响应值，以锡元素的浓度为横坐标，其分析谱线强度响应值为纵坐标，绘制标准曲线。

19.5 试样溶液的测定

将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体发射光谱仪中，测定锡元素分析谱线强度的信号响应值，根据标准曲线得到消解液中锡元素的浓度。如试样溶液中锡含量超出标准曲线范围，则用硝酸-盐酸混合溶液（5＋1＋94）进行稀释。

20 分析结果的表述

试样中锡的含量按公式（3）计算：

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

X ——试样中锡的含量，单位为毫克每千克或毫克每升（mg/kg 或 mg/L）；

ρ ——试样溶液中锡的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——空白溶液中锡的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；

f ——试样溶液稀释倍数；

m ——试样称样量或移取体积，单位为克或毫升（g 或 mL）；

计算结果保留三位有效数字。

21 精密度

在重复性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 %。

22 其他

当取样量为0.5 g（或0.5 mL），定容体积为50 mL时，方法的检出限0.8 mg/kg（或0.8 mg/L），定量限 2.5 mg/kg（2.5 mg/L）。

第四法　苯芴酮比色法

23　原理

试样经消解后，在弱酸性溶液中四价锡离子与苯芴酮形成微溶性橙红色络合物，在保护性胶体存在下与标准系列溶液比较定量。

24　试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

24.1　试剂

24.1.1　硫酸（H_2SO_4）：优级纯。
24.1.2　硝酸（HNO_3）：优级纯。
24.1.3　高氯酸（$HClO_4$）：优级纯。
24.1.4　酒石酸（$C_4H_4O_6H_2$）。
24.1.5　抗坏血酸（$C_6H_8O_6$）。
24.1.6　酚酞（$C_{20}H_{14}O_4$）。
24.1.7　氨水（NH_4OH）。
24.1.8　乙醇（C_2H_5OH）。
24.1.9　甲醇（CH_3OH）。
24.1.10　苯芴酮（$C_{19}H_{12}O_5$）。
24.1.11　动物胶（明胶）。

24.2　试剂配制

24.2.1　硝酸-高氯酸混合溶液（4＋1）：量取 400 mL 硝酸和 100 mL 高氯酸，混匀。
24.2.2　硫酸溶液（1＋9）：量取 100 mL 硫酸，缓慢加入到 900 mL 水中，混匀。
24.2.3　酒石酸溶液（100 g/L）：称取 100 g 酒石酸，溶于 1 L 水中。
24.2.4　抗坏血酸溶液（10.0 g/L）：称取 10.0 g 抗坏血酸，溶于 1 L 水，临用现配。
24.2.5　动物胶溶液（5.0 g/L）：称取 5.0 g 动物胶，溶于 1 L 水，临用现配。
24.2.6　氨溶液（1＋1）：量取 100 mL 氨水，加入到 100 mL 水中，混匀。
24.2.7　苯芴酮溶液（0.1 g/L）：称取 0.01 g（精确至 0.001 g）苯芴酮，加少量甲醇及数滴硫酸溶解，用甲醇稀释至 100 mL。
24.2.8　酚酞指示液（10.0 g/L）：称取 1.0 g 酚酞，用乙醇溶解至 100 mL。

24.3　标准品

锡标准溶液（1 000 mg/L）：或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度的锡标准溶液。

24.4　标准溶液配制

24.4.1　锡标准使用液（10.0 mg/L）：准确吸取锡标准溶液（1 000 mg/L）1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硫酸溶液（1＋9）定容至刻度，混匀。于 0 ℃～5 ℃保存，有效期 1 个月。

24.4.2　锡标准系列溶液：分别吸取锡标准使用液（10.0 mg/L）0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL（相当于含有锡的质量为 0 μg、2.0 μg、4.0 μg、6.0 μg、8.0 μg、10.0 μg）于 25 mL 比色管中，分别加入 0.5 mL 酒石酸溶液（100 g/L）和 1 滴酚酞指示液（10.0 g/L），混匀。用氨溶液（1＋1）中和至淡红色，加入 3.0 mL 硫酸溶液（1＋9）、1.0 mL 动物胶溶液

（5.0 g/L）和 2.5 mL 抗坏血酸溶液（10.0 g/L），再加水至 25 mL，混匀。然后加入 2.0 mL 苯芴酮溶液（0.1 g/L），混匀，放置 1 h 后测量。

25 仪器和设备

注：所有玻璃器皿均需硝酸溶液（1＋5）浸泡过夜，用自来水反复冲洗，最后用水冲洗干净。

25.1 分光光度计：配 2 cm 比色杯。

25.2 可调式控温电热器：控温范围为 90 ℃～250 ℃。

25.3 石墨消解装置：控温范围为 90 ℃～250 ℃，配玻璃消解管。

25.4 电子天平：感量为 1 mg。

25.5 样品粉碎设备：匀浆机、高速粉碎机。

26 分析步骤

26.1 试样制备

罐装食品全量取可食内容物（包括可食用液体部分）制成匀浆或者均匀粉末。

26.2 试样消解

26.2.1 试样消解，同 5.2.1。

26.2.2 吸取 5.00 mL 试样溶液于 25 mL 比色管中，分别加入 0.5 mL 酒石酸溶液（100 g/L）和 1 滴酚酞指示液（10.0 g/L），混匀。用氨溶液（1＋1）中和至淡红色，再加入 3.0 mL 硫酸溶液（1＋9）、1.0 mL 动物胶溶液（5.0 g/L）和 2.5 mL 抗坏血酸溶液（10.0 g/L），然后加水至 25 mL，混匀。最后加入 2.0 mL 苯芴酮溶液（0.1 g/L），混匀，放置 1 h，得到试样待测液。

26.2.3 按 26.2.1、26.2.2 操作同时做空白试验，得到空白待测液。

26.3 标准曲线的制作

用 2 cm 比色杯于波长 490 nm 处，对标准系列溶液测定吸光度，减去零管吸光值后，以标准系列溶液的浓度为横坐标，以吸光度为纵坐标，绘制标准曲线并计算直线回归方程。

26.4 试样溶液的测定

用 2 cm 比色杯于波长 490 nm 处，以标准系列溶液零管调节零点，分别对空白待测液和试样待测液测定吸光度，所得吸光值与标准曲线比较或代入回归方程求出锡的质量。

27 分析结果的表述

试样中锡的含量按式（4）进行计算：

$$X = \frac{(m_1 - m_0) \times V_1 \times f}{m \times V_2} \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：

X ——试样中锡的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m_1 ——试样待测液中锡的质量，单位为微克（μg）；

m_0 ——空白待测液中锡的质量，单位为微克（μg）；

V_1 ——试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

f ——试样溶液稀释倍数；

m ——试样质量，单位为克（g）；

V_2 ——试样待测液所吸取的试样溶液体积，单位为毫升（mL）。

当锡含量≥100 mg/kg 时，计算结果保留三位有效数字；当锡含量＜100 mg/kg 时，计算结果保留两位有效数字。

28 精密度

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

29 其他

当取样量为 1.0 g，试样溶液定容体积为 50 mL，试样待测液所吸取的试样溶液体积为 5.00 mL 时，方法的检出限为 6 mg/kg，方法的定量限为 20 mg/kg。

附录 A

微波消解升温程序

微波消解升温程序见表 A.1。

表 A.1　微波消解升温程序

步骤	设定温度 ℃	升温时间 min	恒温时间 min
1	130	7	2
2	165	6	0
3	180	15	15