

微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法测定食品中锡含量的方法研究

蔡展帆, 张佩霞, 章锦涵, 胡文敏, 高齐, 周忆莲, 林辉焕, 熊欣, 梁旭霞*

(广东省食品检验所, 广州 510435)

摘要: **目的** 建立微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma optical emission spectroscopy, ICP-OES)测定食品中锡含量的方法。**方法** 采用5 mL 硝酸+1 mL 盐酸的酸体系对样品进行微波消解前处理, 并在90 °C下赶酸, 再用电感耦合等离子体发射光谱法以189.925 nm为分析谱线, 测定食品中锡含量。**结果** 该方法线性范围为0.01~5.00 mg/L, 相关系数大于0.999。方法检出限为0.7 mg/kg, 方法定量限为2.4 mg/kg, 多种基质样品的结果相对标准偏差<5%, 加标回收率在100.2%~109.4%。**结论** 该方法操作简便快捷, 结果准确, 精密度高, 灵敏度高, 干扰少, 适用于食品中锡的分析。

关键词: 锡; 盐酸; 微波消解; 电感耦合等离子体发射光谱法

Research on determination of tin in food by inductively coupled plasma optical emission spectroscopy with microwave digestion

CAI Zhan-Fan, ZHANG Pei-Xia, ZHANG Jin-Han, HU Wen-Min, GAO Qi, ZHOU Yi-Lian, LIN Hui-Huan, XIONG Xin, LIANG Xu-Xia*

(Guangdong Institute of Food Inspection, Guangzhou 510435, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of tin in food by microwave digestion-inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES). **Methods** The samples were pretreated with 5 mL nitric acid and 1 mL hydrochloric acid before microwave digestion. The samples were driven out of acid at 90 °C, and then the content of tin in food was determined by ICP-OES with 189.925 nm as the analytical line. **Results** The linear range of this method was 0.01–5.00 mg/L with correlation coefficient greater than 0.999. The method detection limit was 0.7 mg/kg, the quantification limit was 2.4 mg/kg. The relative standard deviation of the results of multiple matrix samples was less than 5%, and the spike recovery was 100.2%-109.4%. **Conclusion** The method is simple to operate, with accurate results, high precision, high sensitivity and less interference, and is suitable for the analysis of tin in food.

KEY WORDS: tin; hydrochloric acid; microwave digestion; inductively coupled plasma optical emission spectroscopy

基金项目: 食品安全国家标准制定、修订项目(spaq-2019-027)、国家重点研发计划项目(2019YFC1606305)

Fund: Supported by National Food Safety Standards Development and Revision Project (spaq-2019-027), and National Key R&D Program of China (2019YFC1606305)

*通讯作者: 梁旭霞, 博士, 主任技师, 主要研究方向为食品理化检测与食品。E-mail: liangxuxia@126.com

*Corresponding author: LIANG Xu-Xia, Ph.D., Chief Technician, Guangdong Institute of Food Inspection, No. 1103, Zengcha Road, Baiyun District, Guangzhou 510435, China. E-mail: liangxuxia@126.com

1 引言

锡是一种熔点低的两性金属,在常温下表面有一层氧化膜,在空气和水中稳定,具有一定的抗腐蚀性,是金属防护涂层的理想元素^[1,2]。一方面,锡被制成马口铁(镀锡薄铁)用于罐头食品的包装,然而当食品呈现酸性碱性时,锡涂层能被缓慢腐蚀从而污染食物;另一方面,锡的化合物被广泛应用于船体及钻井平台防腐防污涂料,随之溶入海水中污染海产品^[3]。人体在食用这些食物后会因摄入锡而影响健康,干扰其他重要金属矿物质的状态,急性摄入时会引起胃肠道刺激、恶心、呕吐、腹部绞痛和腹泻^[4]。世界卫生组织提出人体锡的每周暂定允许摄入量(provisional tolerable weekly intake, PTWI)为 14 mg/(kg BW)^[5]。我国 GB 2762-2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》^[6]对于锡的限量规定是,采用镀锡薄板容器包装的食品中,饮料类的限量为 150 mg/kg,婴幼儿配方食品、婴幼儿辅助食品的限量为 50 mg/kg,其他食品的限量为 250 mg/kg。

目前,食品中锡的测定方法主要有苯芴酮比色法^[7]、氢化物原子荧光光谱法(hydride generation atomic fluorescence spectrometry, HG-AFS)^[7,8]、火焰原子吸收光谱法(flame atomic absorption spectroscopy, FAAS)^[9-11]、石墨炉原子吸收光谱法(graphite furnace atomic absorption spectrometry, GFAAS)^[9]、电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)^[12-18]、电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma optical emission spectroscopy, ICP-OES)^[19,20]。其中苯芴酮比色法和 FAAS 的检出限较高,不适合测定低锡含量(< 10 mg/kg)样品;HG-AFS、GFAAS、ICP-MS 的检出限较低,但对于高锡含量(≥ 10 mg/kg)的样品则需要先进行稀释;只有 ICP-OES 具有较宽的测量范围,能同时测定不同锡含量范围的样品。此外,ICP-OES 具有分析速度快、干扰较少、线性范围宽等优点,且可以应用微波消解对样品进行前处理,相对简单方便,具有明显的应用价值。

本研究采用微波消解法作为前处理技术,结合 ICP-OES 建立测定食品中锡的方法,并对方法参数进行优化,为相关食品安全国家标准的修订提供参考。

2 材料与方 法

2.1 试剂和材料

硝酸($\geq 65\%$, 德国 CNW 公司);盐酸(36.0%~38.0%)、硫酸(优级纯,广州化学试剂厂);过氧化氢(30%水溶液,CMOS 级,国药集团化学试剂有限公司);氢氟酸($\geq 40\%$,分析纯,天津市富宇精细化工有限公司);锡标准溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,介质为 3.0 mol/L 盐酸,GSB 04-1753-2004,

国家有色金属及电子材料分析测试中心)

柑橘叶成分分析标准物质(GBW10020,地球物理地球化学勘查研究所);典型饮食标准物质(SRM 1548a,美国国家标准与技术研究院);番茄酱(ERM-BC084a,英国政府化学家实验室);果汁(T07321QC)、蔬菜泥(T07323QC)、西红柿酱(T07330QC)、柚子(T07332QC)(FAPAS);面粉(来源于日常监测样品,购买自市场)。

实验用水(电导率为 0.55 $\mu\text{S}/\text{cm}$, 25 $^{\circ}\text{C}$)均由 Milli-Q 超纯水系统制得。

2.2 仪器与设备

Agilent 5110 ICP-OES 电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 Agilent 公司);ETHOS UP 微波消解仪(意大利 Milestone 公司);VB24 Plus 赶酸器(北京莱伯泰科仪器股份有限公司);ATY224 万分之一电子天平(日本岛津公司);Milli-Q Advantage A10 超纯水系统(美国 Merck 公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 样品前处理方法

实验称取样品 0.5~1.0 g 于微波消解内罐中,加入 5 mL 硝酸,加盖后室温下放置过夜,加入合适的酸并尽快旋紧罐盖,按照微波消解仪标准操作步骤进行消解(微波消解程序见表 1)。冷却后取出,缓慢打开罐盖排气,赶酸至棕色气体排尽,用水定容至 50 mL,混匀备用。同时做空白试验。

表 1 微波消解程序
Table 1 The program of microwave digestion

步骤	控制温度/ $^{\circ}\text{C}$	升温时间/min	恒温时间/min
1	130	7	2
2	165	6	0
3	180	15	15

2.3.2 仪器测定方法

样品经微波消解后,由电感耦合等离子体发射光谱仪采用标准曲线法测定,电感耦合等离子体发射光谱仪工作参数见表 2。

表 2 电感耦合等离子体发射光谱仪工作参数
Table 2 Operating parameters of ICP-OES

参数	设定值
RF 功率	1200 W
等离子体气流量	12 L/min
雾化气流量	0.7 L/min
辅助气流量	1 L/min
补偿气流量	0 L/min
雾化器	同心雾化器
观察方式	轴向
分析谱线	Sn 189.925 nm 等

3 结果与分析

3.1 微波消解酸体系研究

根据国内外食品中锡的测定标准和文献报道(见表 3), 微波消解法采用的消解酸体系主要有: (1) 仅用硝酸; (2) 硝酸+盐酸; (3) 硝酸+过氧化氢。

硝酸的主要作用是在密闭微波加热条件下把有机锡转化为无机锡; 然而硝酸无法进一步与无机锡反应生成均一溶液, 因为硝酸与部分无机锡反应生成 β -锡酸($x\text{SnO}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}$)或氧化锡(SnO_2)沉淀。例如, 浓硝酸能把锡单质(来源于罐头中的合金)氧化为不溶于水、酸或碱的 β -锡酸^[21]:



又如, 氧化亚锡(SnO , 来源于罐头合金中的氧化膜)与浓硝酸作用被氧化成 SnO_2 ^[22]。此外, 锡盐如硝酸锡 $[\text{Sn}(\text{NO}_3)_4]$ 、硝酸亚锡 $[\text{Sn}(\text{NO}_3)_2]$ 、四氯化锡(SnCl_4)、氯化亚锡(SnCl_2)、硫酸亚锡 $[\text{Sn}(\text{SO}_4)_2]$ 等容易水解或加热氧

化分解形成 α -锡酸($\text{SnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)、 β -锡酸或氧化锡沉淀, α -锡酸($\text{SnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)陈化后会转化为 β -锡酸^[22], 这些沉淀无法被硝酸重新溶解。因此, 仅用硝酸进行微波消解不能保证锡含量测定的准确性。

而浓盐酸能够在加热条件下溶解氧化锡^[22]或 β -锡酸^[23], 热硫酸能够溶解氧化锡^[22]。也有报道指出, 盐酸^[24]、氢氟酸^[25]有助于保持消解溶液中锡的稳定性。

为了选择合适的消解酸体系, 确保锡含量测定的准确性, 本研究以蔬菜泥(T07323QC)为对象, 采用了不同的消解酸体系进行实验。其中 1 组实验仅用硝酸(HNO_3)进行微波消解后, 然后加热赶酸, 定容后测定; 4 组实验以硝酸为主, 分别加入过氧化氢(H_2O_2)、硫酸(H_2SO_4)、盐酸(HCl)、氢氟酸(HF)等进行微波消解, 然后加热赶酸, 定容后测定; 还有 2 组实验先用硝酸进行微波消解, 然后加热赶酸至剩下 1 mL, 再分别加入硫酸、盐酸溶液, 最后加热赶酸至剩下 1 mL, 定容后测定。实验结果见表 4。

表 3 文献报道的消解酸体系
Table 3 Digestive acids reported in literatures

序号	样品基质	前处理方法	消解酸体系	分析方法	报道年份	报道类型
1	罐头食品	湿式消解法	硝酸+高氯酸+硫酸	苯芴酮比色法、HG-AFS	2014 ^[7]	国内标准
2	食品	微波消解法、压力罐消解法	硝酸	ICP-MS	2016 ^[12]	国内标准
3	食品	微波消解法、压力罐消解法	硝酸+盐酸	FAAS、GFAAS	2009 ^[9]	国外标准
4	食品	微波消解法、压力罐消解法	硝酸+盐酸	ICP-MS	2009 ^[13]	国外标准
5	罐头食品	湿式消解法	硝酸	FAAS	1988 ^[10]	国外标准
6	生物材料	微波消解法	硝酸	ICP-MS	1998 ^[14]	科技文献
7	罐头食品	湿式消解法	硝酸+盐酸	FAAS	2005 ^[11]	科技文献
8	海产品	微波消解法	硝酸+过氧化氢	ICP-MS	2007 ^[15]	科技文献
9	罐头食品	微波消解法	硝酸+过氧化氢	HG-AFS	2007 ^[8]	科技文献
10	贝类	微波消解法	硝酸+过氧化氢	ICP-MS	2010 ^[16]	科技文献
11	果蔬罐头	微波消解法	硝酸	ICP-MS	2011 ^[17]	科技文献
12	罐头食品	微波消解法	硝酸+过氧化氢	ICP-MS	2012 ^[18]	科技文献
13	凉粉罐头	微波消解法	硝酸+过氧化氢	ICP-OES	2012 ^[19]	科技文献
14	食品	微波消解法	硝酸+盐酸	ICP-OES	2019 ^[20]	科技文献

表 4 不同消解酸体系下锡含量的结果比较($n=3$)
Table 4 Comparison of the results of tin content in different digestive acids ($n=3$)

序号	微波消解酸体系	赶酸时加入酸	结果/(mg/kg)	精密度/%
1	5 mL HNO_3 +1 mL HNO_3	无	322~361	6.3
2	5 mL HNO_3 +1 mL H_2O_2	无	369~385	2.1
3	5 mL HNO_3 +0.5 mL H_2SO_4	无	356~432	9.9
4	5 mL HNO_3	0.5 mL H_2SO_4	356~369	1.9
5	5 mL HNO_3 +1 mL HCl	无	426~436	1.5
6	5 mL HNO_3	2 mL 20% HCl 溶液	416~424	1.1
7	5 mL HNO_3 +1 mL HF	无	473~530	6.4
标示值	—	—	386~499	—

结果显示,只有采用硝酸+盐酸体系测得的锡含量在标示值范围内;采用硝酸、硝酸+过氧化氢、硝酸+硫酸体系消解测得的锡含量都比标示值偏低,采用硝酸+氢氟酸体系消解测得的锡含量比标示值偏高。显然,采用硝酸+盐酸体系进行微波消解对于锡含量的测定是合适的而且是必须的。

以下是对不同酸体系测定结果的原因推测:(1)过氧化氢是强氧化剂,作用是提高消解酸体系的氧化性,使有机物分解更彻底,但其酸性较弱,无法溶解 β -锡酸和氧化锡沉淀;(2)硫酸体系可能不能溶解 β -锡酸,也可能是硫酸体系对于 ICP-OES 存在干扰;(3)盐酸具有还原性,能够抑制锡的氧化,阻止 β -锡酸或氧化锡的生成,有利于锡溶液的稳定;(4)氢氟酸与盐酸性质相似,但氢氟酸体系的测定结果偏高,原因可能是偶然误差(只有一个值超过标示值范围),也可能是氢氟酸体系对 ICP-OES 存在干扰。

3.2 盐酸加入量研究

基于盐酸对锡含量测定的重要性,有必要开展盐酸加入量的研究。以蔬菜泥(T07323QC)为研究对象,在

消解过程中分别加入 0.5、1.0、2.0 mL 盐酸,最终测得锡含量均在标示值范围内(见表 5)。由单因素方差分析可知,3 组结果值在水平 0.05 下没有显著差异($F=1.96 < F_{0.05}(2,6)=5.14$, $P=0.221$),说明盐酸加入量在 0.5~2.0 mL 范围内对锡含量的测定没有显著影响。本研究建立的方法采用 1 mL 的盐酸加入量。

3.3 不同赶酸方式对结果的影响

在对消解液进行赶酸处理的实验中发现,不同的赶酸温度对锡含量的测定结果有影响,呈现锡含量测定值随赶酸温度升高而降低的趋势,160 °C 赶酸的锡含量测定值只有 100 °C 赶酸的测定值的 80%~89%(见图 1)。主要原因是:盐酸的沸点较低(38%盐酸的沸点为 48 °C, 20%盐酸的沸点最高,为 108 °C, 0%~20%盐酸的沸点在 100~108 °C 内),易挥发,因此加热消解液会导致盐酸损失,影响样液中锡的稳定性;另一方面,消解液中的锡主要以二价锡或四价锡的无机物形态存在,存在部分四氯化锡,而四氯化锡也是低沸点物质(沸点为 114 °C^[2,4,25]),加热消解液会导致四氯化锡损失,锡含量结果偏低。因此,赶酸温度不宜超过 108 °C,且赶酸时间应尽可能短。

表 5 盐酸加入量的比较($n=3$)
Table 5 Comparison of hydrochloric acid addition ($n=3$)

序号	微波消解酸体系	结果/(mg/kg)			平均值/(mg/kg)	精密度/%
		1	2	3		
1	5 mL HNO ₃ +0.5 mL HCl	451	468	446	455	2.5
2	5 mL HNO ₃ +1 mL HCl	450	460	458	456	1.2
3	5 mL HNO ₃ +2 mL HCl	477	464	462	468	1.7
标示值	—	386~499			—	—

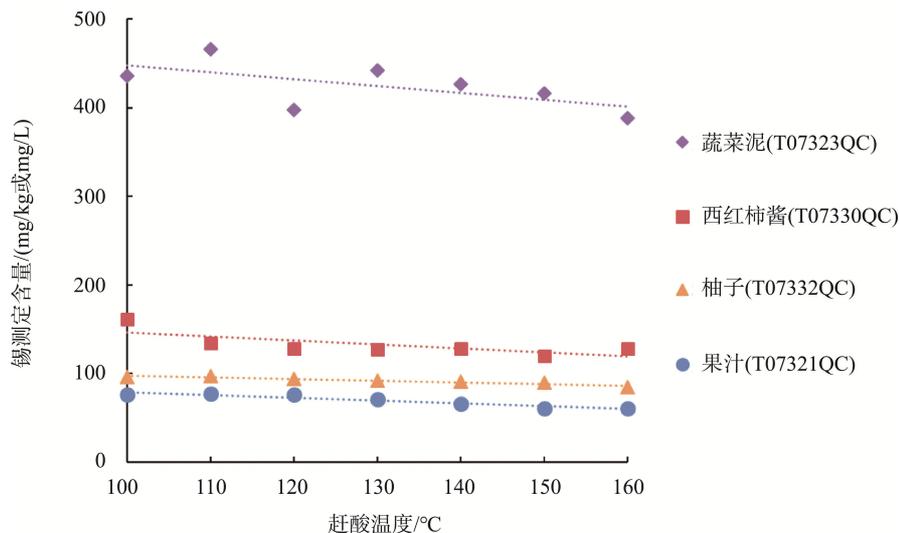


图 1 赶酸温度对测定的影响

Fig.1 Effect of acid evaporation temperature on determination

为进一步研究赶酸方式对结果的影响, 本研究以西红柿酱(T07330QC)为对象, 分别采用不赶酸、超声赶酸、不同温度加热赶酸的方式进行比较实验, 结果见表 6。由单因素方差分析可知, 8 组结果值在水平 0.05 存在显著差异($F=2.85>F_{0.05}(7,16)=2.66$, $P=0.039$)。其中, 不赶酸、140 °C 赶酸、160 °C 赶酸这 3 组都存在部分结果值低于参考物质标示值范围的情况, 不适合采用; 排除这 3 组数据后, 由单因素方差分析可知, 剩余 5 组结果值在水平 0.05 下没有显著差异($F=1.81<F_{0.05}(4,10)=3.48$, $P=0.203$)。在这 5 组结果值中, 超声赶酸和 120 °C 赶酸的结果值精密度相对较差(>6%), 而 80 ~ 100 °C 赶酸的结果值精密度较好(<3%), 故采用 80 ~ 100 °C 赶酸更为合适; 而 90 °C 赶酸的结果平均值最大, 精密度较好, 结合盐酸和四氯化锡的沸点考虑, 90 °C 赶酸最为合适。

3.4 标准曲线与方法检出限

配制浓度为 0、0.01、0.02、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00、5.00 mg/L 的标准溶液系列, 以仪器软件推

荐的前 10 条光谱谱线进行分析, 并测定 20 份样品空白, 计算检出限浓度, 结果见表 7。数据显示, 189.925 nm 谱线的线性范围最宽, 灵敏度较高, 检出限最低, 没有明显的干扰谱线, 是 ICP-OES 测定锡含量最合适的分析谱线, 此条件下相关系数为 0.99999, 方法线性好。本文所列出的其他测定结果均采用 189.925 nm 谱线的数据。根据 189.925 nm 谱线的检出限浓度(0.007 mg/L), 当称样量为 0.5 g, 定容体积为 50 mL 时, 方法的检出限为 0.7 mg/kg, 定量限为 2.4 mg/kg。

3.5 方法准确度与精密度

对柑橘叶等多种不同基质的参考物质以及一份面粉样品进行测定, 每个样品均平行测定 6 次, 计算平均值和相对标准偏差, 结果见表 8。所有参考物质的测定结果均在参考值范围内, 所有样品结果的相对标准偏差均 < 5% 且满足 GB/T 27404-2008 《实验室质量控制规范 食品理化检测》^[26] 对于精密度的要求。

表 6 不同赶酸方式的结果对比($n=3$)
Table 6 Comparison of the results of different ways to evaporate acid ($n=3$)

序号	赶酸方式	结果值/(mg/kg)			平均值/(mg/kg)	精密度/%
		1	2	3		
1	不赶酸	122	97	106	108	11.7
2	超声赶酸	118	132	133	128	6.6
3	80 °C 赶酸	134	133	136	134	1.1
4	90 °C 赶酸	137	141	144	141	2.5
5	100 °C 赶酸	137	136	133	135	1.5
6	120 °C 赶酸	127	135	146	136	7.0
7	140 °C 赶酸	137	132	103	124	14.8
8	160 °C 赶酸	69	123	118	103	28.9
标示值	—	117~159			—	—

表 7 不同谱线的标准曲线和检出限
Table 7 Standard curves and detection limits for different wavelengths

分析谱线/nm	线性范围/(mg/L)	斜率	截距	线性系数	空白信号标准偏差($n=20$)	检出限浓度/(mg/L)	主要干扰谱线*/nm
189.925	0.0100~5.00	960.328	4.3369	0.99999	1.95	0.007	无
283.998	0.0100~5.00	2061.336	24.2075	0.99999	5.41	0.008	284.001 (Cr)
181.059	0.0200~5.00	592.518	62.5200	0.99999	2.49	0.013	无
242.950	0.0500~5.00	418.028	7.4613	0.99993	3.13	0.03	242.952 (Rh)
226.893	0.0500~5.00	632.666	11.9557	0.99998	5.38	0.03	226.890 (Ir)
242.170	0.0200~5.00	438.978	10.8743	0.99999	4.53	0.04	242.165 (Tm)
224.606	0.0200~5.00	175.651	4.7086	0.99993	2.67	0.05	无
235.485	0.0500~5.00	325.252	23.4566	0.99997	5.39	0.05	235.489 (Fe)
183.113	0.100~5.00	43.528	6.7676	0.99961	1.74	0.12	183.113 (As)
215.152	0.500~5.00	49.135	3.7328	0.99950	2.21	0.14	无

注: *干扰谱线由仪器软件提供。

表 8 不同样品的测定结果($n=6$)
Table 8 The results of different samples ($n=6$)

样品	标示值/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)						平均值/(mg/kg)	精密密度/%
		1	2	3	4	5	6		
柑橘叶 GBW10020	3.8±0.5	4.02	4.01	4.15	4.29	4.07	3.94	4.08	3.0
典型饮食 SRM 1548a	17.2±2.57	14.9	15.3	14.9	15.1	15.9	14.9	15.2	2.6
番茄酱 ERM-BC084a	225±11	216	222	225	221	223	220	221	1.4
果汁 T07321QC	62.7~87.8*	77.3	77.0	77.6	77.5	78.1	78.3	77.6	0.6
柚子 T07332QC	76.5~106.2	97.1	97.1	97.7	97.4	97.4	97.4	97.4	0.2
西红柿酱 T07330QC	117~159	151	151	151	148	150	145	149	1.6
蔬菜泥 T07323QC	386~499	492	448	468	490	488	475	477	3.6
面粉	—	6.25	6.11	6.30	6.61	6.62	6.92	6.47	4.6

注: *果汁 T07321QC 的标示值、测定值和平均值的单位均为 mg/L; 面粉为来源于日常监测样品, 无标示值。

表 9 回收率实验结果($n=3$)
Table 9 The results of the spike recoveries ($n=3$)

样品	样品本底含量/(mg/kg)	样品加标量/(mg/kg)	样品测定含量/(mg/kg)	回收率/%
面粉	6.47	2.5	9.04	102.8
		5.0	11.48	100.2
		10.0	16.80	103.3
柚子 T07332QC	97.4	50	152.1	109.4
		100	201.4	104.0
		200	302.4	102.5

3.6 回收率实验

以面粉为低锡含量样品、柚子为高锡含量样品进行加标回收实验, 采用锡标准溶液分别进行 3 个不同浓度水平的加标, 结果如表 9 所示。实验结果显示, 加标回收率在 100.2%~109.4%内, 满足 GB/T 27404-2008^[26]对于回收率的要求。

4 结论

本研究采用 5 mL 硝酸+1 mL 盐酸的酸体系进行微波消解前处理并在 90 °C下赶酸, 再用电感耦合等离子体发射光谱法以 189.925 nm 为分析谱线测定食品中锡含量, 该方法线性范围为 0.0100~5.00 mg/L, 方法线性方法检出限为 0.7 mg/kg, 方法定量限为 2.4 mg/kg, 多种基质样品的结果相对标准偏差 < 5%, 加标回收率在 100.2%~109.4%内。该方法操作简便快捷, 结果准确, 精密度高, 灵敏度高, 干扰少, 适用于食品中锡的分析, 建议纳入国家标准测定方法中作为日常检验食品中锡的分析方法。

参考文献

- [1] CAC/RCP 60-2005 Code of practice for the prevention and reduction of inorganic tin contamination in canned foods [S].
- [2] 大连理工大学. 无机化学: 第五版[M]. 北京: 高等教育出版社, 2006. Dalian University of Technology. Inorganic chemistry: Fifth edition [M]. Beijing: Higher Education Press, 2006.
- [3] 国家食品安全风险评估中心. 食品中元素类检验方法系列标准实施指南[M]. 北京: 中国标准出版社, 2017. CFSA. Implementation guide to the series of standards for determination of elements in foods [M]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [4] WHO. Tin and inorganic tin compounds [R/OL]. <https://apps.who.int/iris/handle/10665/43223>.
- [5] WHO. Evaluation of Certain Food Contaminants [R/OL]. <https://apps.who.int/food-additives-contaminants-jecfa-database/chemical.aspx?chemID=515>.
- [6] GB 2762-2017 食品安全国家标准 食品中污染物限量[S]. GB 2762-2017 National food safety standard-Maximum levels of contaminants in foods [S].
- [7] GB 5009.16-2014 食品安全国家标准 食品中锡的测定[S]. GB 5009.16-2014 National food safety standard-Determination of tin in foods [S].
- [8] 朱力, 杨大鹏, 刘裕婷. 微波消解氢化物发生-原子荧光光谱法测定罐

- 头食品中汞和锡[J]. 理化检验:化学分册, 2007, (3): 22-23, 27.
- Zhu L, Yang DP, Liu YT. Hydride generation-atomic fluorescence spectrometric determination of mercury and tin in canned food-with microwave assisted sample digestion [J]. Phys Test Chem Anal Part B, 2007, (3): 22-23, 27.
- [9] BS EN 15764:2009 Determination of trace elements-Determination of tin by flame and graphite furnace atomic absorption spectrometry (FAAS and GFAAS) after pressure digestion [S].
- [10] AOAC Official Method 985.16 Tin in canned foods-atomic absorption spectrophotometric method [S].
- [11] 夏道宗, 于新芬. 罐头食品中微量重金属的快速测定[J]. 现代食品科技, 2005, (2): 167-169, 164.
- Xia DZ, Yu XF. Quick Determination for trace element from tinned food [J]. Guangzhou Food Sci Technol, 2005, (2): 167-169, 164.
- [12] GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定[S].
- GB 5009.268-2016 National food safety standard-Determination of multi-elements in foods [S].
- [13] BS EN 15765:2009 Determination of trace elements-Determination of tin by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS) after pressure digestion [S].
- [14] Saeki K, Nakatani N, Le TH, *et al.* Determination of the total tin in biological materials by ICP-MS [J]. Bunseki Kagaku, 1998, 47(2): 135-139.
- [15] 丘红梅, 邓利, 张慧敏, 等. 微波消解/ICP-MS 法测定海产品中总锡[J]. 实用预防医学, 2007, 14(3): 614-616.
- Qiu HM, Deng L, Zhang HM, *et al.* Determination of tin level in seafood by microwave dissolution and ICP-MS [J]. Pract Prev Med, 2007, 14(3): 614-616.
- [16] Yu Z, Sun J, Jing M, *et al.* Determination of total tin and organotin compounds in shellfish by ICP-MS [J]. Food Chem, 2010, 119(1): 364-367.
- [17] 叶剑芝, 苏子鹏, 杨春亮, 等. 微波消解-ICP-MS 法测定果蔬罐头中的锡、铅、砷[C]//农产品质量安全与现代农业发展专家论坛论文集, 2011.
- Ye JZ, Su ZP, Yang CL, *et al.* Determination of tin, lead and arsenic in canned fruits and vegetables by microwave digestion-ICP-MS [C]// Proceedings of the Expert Forum on Agricultural Product Quality Safety and Modern Agriculture Development. 2011.
- [18] Trandafir I, Nour V, Ionica M E, *et al.* Determination of tin in canned foods by inductively coupled plasma-mass spectrometry [J]. Polish J Environ Stud, 2012, 21(3): 749-754.
- [19] 邓全道, 黎志诚. 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法同时测定凉粉罐头中 8 种元素含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2012, 3(2): 120-123.
- Deng QD, Li ZC. Microwave digestion-inductively coupled plasma-atomic emissions spectrometric determination of eight elements in canned food [J]. J Food Saf Qual, 2012, 3(2): 120-123.
- [20] Fišera M, Kráčmar S, Velichová H, *et al.* Tin compounds in food—their distribution and determination [J]. J Food Sci, 2019, 13(1): 369-377.
- [21] 宋天佑, 程鹏, 徐家宁, 等. 无机化学: 第三版下册[M]. 北京: 高等教育出版社, 2009.
- Song TY, Cheng P, Xu JN, *et al.* Inorganic chemistry: Third edition Volume II [M]. Beijing: Higher Education Press, 2009.
- [22] 郝润蓉, 方锡义, 钮少冲. 无机化学丛书: 第三卷 碳硅锗分族[M]. 北京: 科学出版社, 1998.
- Hao RR, Fang XY, Niu SC. Inorganic chemistry series: Volume III Carbon-silicon-germanium family [M]. Beijing: Science Press, 1998.
- [23] 袁诗璞. 酸性镀锡液中的阳极与 β -锡酸[J]. 电镀与涂饰, 2013, (9): 34-38.
- Yuan SP. Anode and β -stannic acid in acid tin plating solution [J]. Electroplating, 2013, (9): 34-38.
- [24] LGC. Certificate of Analysis ERM-BC084a [EB/OL]. [2020-05-20]. https://hybris-static-assets-production.s3-eu-west-1.amazonaws.com/sys-master/pdfs/he2/he2/10132234436638/COA_ERM-BC084_ST-WB-CERT-2826524-1-1-1.PDF.
- [25] Paul R. Gaines. ICP-OES and ICP-MS analytical tips for tin [EB/OL]. [2020-05-20]. <https://www.inorganicventures.com/advice/icp-oes-and-icp-ms-analytical-tips-for-tin>.
- [26] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].
- GB/T 27404-2008 Criterion on quality control of laboratories-Chemical testing of food [S].

(责任编辑: 李磅礴)

作者简介



蔡展帆, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全与检测技术。
E-mail: 403528343@qq.com



梁旭霞, 博士, 主任技师, 主要研究方向为食品理化检测与食品。
E-mail: liangxuxia@126.com