

輕工業部上海食品工業科學研究所食品工業技術報告彙編

(第六輯)



罐頭食品檢驗



科學技術出版社

內 容 提 要

本輯包括二篇有关食品罐頭中含微量鉛、錫及銅的分析方法的研究報告。第一篇的定量分析方法，手續較為快速。儀器藥品也并不過分繁費，盡量採用比色定量法與容量分析法，適合工廠應用。

為說明上述方法的正確度，第二篇報告敘述了以極譜分析法與上述方法的比較試驗。可供罐頭食品工廠，食品檢驗機關工程技術人員參考。

輕工業部上海食品工業科學研究所
食品工業技術報告彙編第六輯

罐 頭 食 品 檢 驗

輕工業部上海食品工業科學研究所編

科學技術出版社出版
(上海南京西路3004號)

上海市書刊出版業營業許可證出079號

上海市印刷三廠印刷 新華書店上海發行所總

，開本787×1092 耗1132·印張1·字數22,000

1958年8月第1版

1958年8月第1次印刷 印數1-2,500

統一書號：15119·832

定價：(9)0.15元



目 錄

- 一、罐頭食品中微量鉛、錫及銅定量分析方法之研究…… 2
- 二、罐頭食品中銅、鉛及錫之極譜分析法之研究 ……… 22

.....

摘 要

罐頭食品重金屬含量之微量分析，既須适用于快速分析，亦須适合于規格檢驗，故須達到一定之準確度，以滿足于工廠之要求，儀器設備不宜過繁，藥品材料不宜過費，操作簡單，始宜于采作標準方法，本試驗盡量由比色定量法與容量分析法兩路綫考慮，而以極譜分析作為配合比較，首以標準鉛、錫及銅之樣品為基礎，而以生產產品為試驗材料，經試驗研究後，根據所得數據，確定採用二苯硫代偶氮碳酸酐抽提比色法以測定鉛，其誤差在百萬分之 ± 0.05 以下，用鉛還元之碘滴定法以測定錫，其誤差在百萬分之 ± 0.5 以內，而以二乙基代氨基甲硫羧酸鈉比色法以測定銅，其誤差在百萬分之 ± 0.1 左右，最多在二天之中，三者均可得出結果，為了檢驗技術之提高，並將極譜分析法研究結果附錄于後，作為將來之參考，為了工作人員易于掌握技術，方法中之關鍵所在，手續操作應注意之點，就試驗所得經驗，盡量介紹，亦為拋磚引玉之意。

一、罐頭食品中微量鉛、錫及銅定量 分析方法之研究

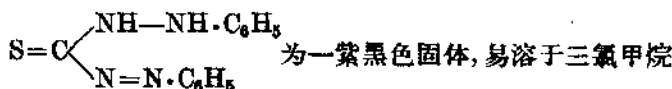
(一) 序 言

全國解放以後罐頭食品工業已大部掌握在國營工廠之手，為全國勞動人民所服務，除了協助民間土產交流，調劑季節食用外，並對邊疆防禦戰士，地質勘察人員等供應副食品有極大幫助，且可在國外貿易，發揮增加外匯之作用，但以過去缺乏統一適當之檢驗方法，對品質之提高，受到一定之障礙，尤以重金屬含量之問題，更為重要，今為了滿足人民生活日益增長之需要，重視人民之健康與衛生，保證符合罐頭食品出口之規格，對於罐頭食品中微量重金屬鉛、錫及銅三項之檢驗方法，由本所食品組與分析組相互配合，組織人力，進行研究試驗，以確定統一之暫行標準方法，適合於生產單位及檢驗機構經常檢驗之用，而間接以促進提高產品品質與生產技術。

(二) 鉛之化學測定方法

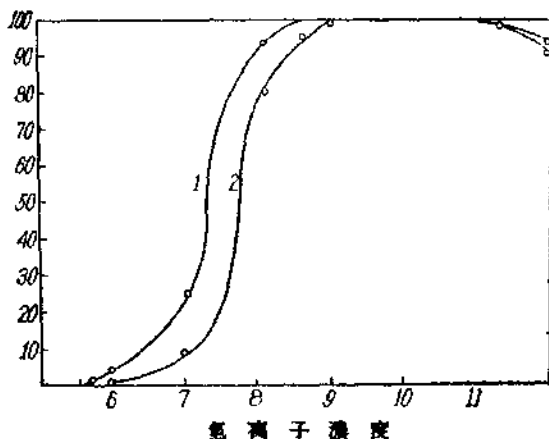
1. 原理^[1]

二苯硫代偶氮碳酰肼 Dithizone (Diphenyl-thiocarbazo-
ne)



及四氯化碳，其稀溶液为綠色。 $Mn, Fe^{2+}, Co, Ni, Cu, Zn, Pd, Ag, Cd, In, Sn^{++}, Pt^{++}, Au, Hg, Tl, Pb, Bi$ 等元素均可与 Dithizone 化合成鹽。在測定鉛时，于硷性液中加入 KCN，使大部分能起干扰作用之金屬离子与氰結成絡离子。在 KCN 之硷性溶液中只有 $Pb^{++}, Sn^{++}, Bi^{+++}, Tl^{+}$ 能与 Dithizone 作用，但 Bi 及 Tl 在食品中不可能存在。样品中所含之錫，經灰化及硝酸处理后成高价状态存在，不致与 Dithizone 作用，但如遇大量錫存在时，則由于所形成偏錫酸之膠体沉淀，对 Pb 有吸附作用，必須加溴化氫煮沸除去^[2]。 Fe^{3+} 存在时，因与 CN^{-} 作用可形成 $Fe(CN)_6^{4-}$ 絡离子，能使 Dithizone 氧化，故加入鹽酸羥胺以还原之。

Dithizone 鉛鹽之三氯甲烷溶液，呈粉紅色，对于 525 毫微米 ($m\mu$) 波長之光綫，吸收能力最强。用 Dithizone 三氯甲烷溶液自水溶液中提取 Pb^{++} ，生成 Dithizone 鉛鹽溶于三氯甲烷中，在 pH 值 9~11 时最为完全 (图 1)。故調节 pH 值为 11.5 时，以



用 Dithizone 提取鉛：
 曲綫 1：用 50% 过量 Dithizone 提取。
 曲綫 2：用 25% 过量 Dithizone 提取。
 图 1 在氯仿中鉛之百分數

適量濃度之Dithizone溶液進行抽提，凡可將水溶液中全部 Pb^{++} 抽入三氯甲烷層中。過量之Dithizone則成Dithizone鎂金屬鹽存于水溶液中。Dithizone鎂鹽之三氯甲烷溶液，若以1:100硝酸處理，則鎂鹽即遭破壞， Pb^{++} 又復轉入酸性水溶液中。

2. 樣品處理

準確稱取新開罐、并除去表面2毫米厚、充分攪碎、均勻之樣品40克，于一光滑之磁蒸发皿中，置砂盤上微火蒸干，移至石棉鉄絲網上，繼續加熱，使所有油份盡行燒去，但不宜着火（注意勿使濺出而遭損失）如油份過多，可插入無灰濾紙一小段，作為灯芯，点火燒去油份，然後移入 $500^{\circ}C$ 茂福爐中，至全部燒成白色灰燼，如不易燒白，待冷卻後加入少量硝酸潤濕之，蒸干後再行灼燒，溶解灰份于5毫升6N HCl中（如為番茄樣品則需10毫升），在水浴上稍為蒸干，加水5毫升及檸檬酸銨試劑10毫升，加熱數分鐘，冷卻後移入50毫升容量瓶內準確稀釋至50毫升備用。

3. 試劑制備

(1) 重蒸餾水：用硬質玻璃重蒸餾一次。

(2) 三氯甲烷：在 $61\sim 62^{\circ}C$ 時重蒸餾一次。

(3) Dithizone溶液甲：溶解25毫克于一升三氯甲烷內，儲藏于深棕色玻瓶中，置暗處或冰箱中備用。

(4) Dithizone溶液乙：溶解12.5毫克于一升三氯甲烷內，儲藏于深棕色玻瓶中，置暗處或冰箱內備用。

(5) Dithizone溶液丙：溶解200毫克于一升三氯甲烷內，放置暗處備用。

(6) 氫氧化鎂：分析純，以水校正至比重為0.9，用比重表測定之。

(7) 硝酸：1:100煮沸除去氧化氮後備用。

(8) 檸檬酸銨溶液: 溶解 50 克 $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$ 于 100 毫升水中, 以麝香藍為指示劑, 加 NH_4OH 至淡藍色, 連續以 Dithizone 溶液抽取, 直至 Dithizone 呈綠色時為止, 再連續以少量三氯甲烷振搖, 以除去殘存之 Dithizone。

(9) 10% KCN 溶液: 溶解 10 克 KCN 于 100 毫升蒸餾水內, 如 KCN 中含鉛量較高, 則必須依下法除去: 取 50 克 KCN 溶于水中使成 100 毫升, 以 Dithizone 溶液甲抽取之, 然后用三氯甲烷除去水溶液中之 Dithizone 以水稀釋至適當濃度。

(10) 鹽酸羥胺: 溶解 20 克于 100 毫升水內。

(11) 亞硫酸氫氨溶液: 溶解 350 毫升比重 0.9 之 NH_4OH , 3 克 KCN 及 1.5 克 Na_2SO_3 于 1000 毫升水中。

(12) 麝香藍溶液: 溶解 0.1 克于 4.3 毫升 0.05N NaOH 中, 稀釋至 1000 毫升。

(13) 標準鉛溶液: (1 毫升 $\approx$ 5 微克鉛)

i. 溶解 0.160 克干燥硝酸鉛于 20 毫升 1:1 硝酸內, 稀釋至 1000 毫升水, 作為母液 (母液不宜放置過久) 用時可以 1:100 硝酸沖稀二十倍。

ii. 溶解 0.1 克金屬鉛于 20 毫升 1:1 硝酸內, 用水稀釋至 1000 毫升精確吸出 50 毫升再用 1% HNO_3 稀釋至 1000 毫升。

4. 測定手續

(1) 鉛之抽提

準確吸取樣品溶液 10 毫升于 100 毫升分液漏斗內, 加 1 毫升鹽酸羥胺試劑, 滴入麝香藍指示劑 2 滴, 以 NH_4OH 鹼化至呈微鹼性 (溶液呈黃綠色), 再加 KCN 試劑一毫升, 調整 pH 值至 9.0~9.5, 此時溶液呈淡藍色 (若以 pH 計量測定更佳) 立即用 10 毫

升 Dithizone 甲試劑分二次抽提，第一次 6 毫升，第二次 4 毫升，將二次所得之 Dithizone 試劑移入另一只已注有 25 毫升 1:100 硝酸之 250 毫升分液漏斗中，振搖一分鐘，除去下層 Dithizone，加少量三氯甲烷，搖和后棄去之，以除去殘存于酸液中之 Dithizone 液，加入 75 毫升亞硫酸氫銨試劑，并準確加入 30 毫升 Dithizone 乙溶液，搖和一分鐘，將下層紅色三氯甲烷溶液放入一烘干之小三角燒瓶內，加入少許無水硫酸鈉，以吸去三氯甲烷中混懸之水分，而后進行鉛之比色，同時作一空白試驗，以校正試劑中含鉛量。

(2) 鉛之比色

移上述去水后之三氯甲烷溶液于直徑約 2.5 厘米之 20 毫升比色池內，以純三氯甲烷為參比色池，在波長 510 毫微米之光綫下（通常綠色濾色片波長在 510 毫微米附近，即可應用）進行比色，記錄試樣及空白試驗之消光度 E ，然后根据標準曲線查出實際含鉛量。

$$\text{Pb 含量 } 1/10^6 = \frac{\text{樣品中含鉛量(微克)} - \text{空白試驗中含鉛量(微克)}}{\text{樣重(克)}}$$

註：1 微克 = 10^{-6} 克 $1/10^6 =$ 百萬分之一

(3) 標準曲線之繪制：

于 11 只 250 毫升分液漏斗內，分別加入 0, 2.5, 5, 7.5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50 微克之標準鉛溶液，然后以 1:100 HNO_3 加于每只分液漏斗內，使總容積為 25 毫升，各加入 75 毫升亞硫酸氫銨試劑，精確加入 30 毫升 Dithizone 乙試劑，振搖 1 分鐘后，放入三角瓶中，加無水硫酸鈉，脫水后移入比色池內，以空白試驗作為參比色池，采用綠色濾色片，記錄各個消光度 E ，以 E 作為縱坐標，以鉛之含量為橫坐標，繪制曲線。

(4) 注意要点:

① Dithizone 易被氧化, 尤以配制成溶液后为甚, 因此 Dithizone 溶液必須新鮮配制, 最多不超过二天, 并須保存于暗处或冰箱內。

② 提純——Dithizone 之氧化物为棕黄色, 通常商品已甚純粹, 毋須再行提純。如遇 0.01% 之四氯化碳溶液, 以 1:100 之氨水搖和后, 于四氯化碳层有显著黄色时, 則表示所含杂质太多, 不宜应用, 必須經提純后始可。提純方法, 可溶解 Dithizone 1 克于 50~75 毫升之三氯甲烷中, 如有不溶物存在, 必須濾去之, 以 1:99NH₄OH 100 毫升抽提四次, 在分液漏斗出口处, 可塞一棉花团, 將抽出之水溶液濾入另一較大分液漏斗中, 以稀鹽酸酸化, 析出之 Dithizone 以 20 毫升三氯甲烷抽提 3 次, 收集抽提液于另一分液漏斗內, 以水洗滌, 然后將抽提液注入燒杯內, 在 50°C 水浴上蒸去三氯甲烷, 置干燥器中干燥备用。

③ 如不作标准曲綫, 則除样品之抽提及比色外, 須同时进行一对照試驗, 可加入已知含量之标准鉛溶液于空白試液, 使其色度与样品相似, 然后进行比色, 用已处理及去色后之三氯甲烷样品溶液, 分別傾入兩直徑約 2.5 厘米之 20 毫升比色池內。以純三氯甲烷为参比色池, 在波長 510 毫微米之光綫下进行比色, 隨即記錄試样及已加标准鉛溶液之对照試样之消光度 E 及 E_s , 然后用比例計算实际含鉛量。

$$\text{Pb } 1/10^6 = \frac{E_s \times \text{加入之标准鉛含量(微克)}}{E \times \text{样重(克)}}$$

④ 錫之除去: 如錫的含量超过 150 1/10⁶ 时, 必須除去, 否則形成偏錫酸而吸附鉛, 影响結果, 其法可于样品灰份中, 加入 15 毫升 40% HBr 置砂浴上加热, 待灰份溶解, 再加溴及溴化鉍

之混合液約 15 毫升 (100 毫升 40% 溴化錫加 15 毫升溴) 蒸发至全部溴化錫及溴揮发冷却, 加 3~5 毫升 1:1HNO₃, 数毫升水及 10 毫升檸檬酸胺溶液, 移入 50 毫升容量瓶中, 然后仍按上述手續測定鉛。

5. 試驗結果

代 号	样品名称	取样重量 (克)	样品中原 含 鉛 量 1/10 ⁶	加入鉛量 1/10 ⁶	总鉛量 1/10 ⁶	实际测得 鉛 量 1/10 ⁶	差 数 1/10 ⁶
7-9	紅燒猪肉	24	0.19	0.40	0.59	0.61	+0.02
7-1	紅燒猪肉	24	0.28	0.20	0.48	0.52	+0.04
7-8	原汁猪肉	24	0.28	0.10	0.38	0.39	+0.01
212-225	原汁猪肉	40	0.14	0.15	0.29	0.29	0
001	原汁猪肉	40	0.59	0.30	0.89	0.93	+0.04
219-283	原汁猪肉	40	0.21	0.25	0.46	0.46	0
112-029	濃汁猪肉	40	0.45	0.20	0.65	0.65	0
212-304	濃汁猪肉	40	0.58	0.35	0.93	0.91	-0.02
212-323	濃汁猪肉	40	0.47	0.40	0.87	0.86	-0.01
215-303	肉 糜	40	0.51	0.30	0.81	0.81	0
004	凤 尾 魚	40	0.92	0.50	1.42	1.43	+0.01
7-下	番茄配司	40	0.34	0.10	0.44	0.42	-0.02
076-101	糖汁菠蘿	40	0.23	0.20	0.43	0.42	-0.01
3-什	什錦水果	40	0.20	0.10	0.30	0.30	0
2-梨	生 梨	40	0.19	0.10	0.29	0.29	0
002-1	原汁猪肉	40	0.26				
002-2	原汁猪肉	40	0.26				
002-3	原汁猪肉	40	0.27				
002-4	原汁猪肉	40	0.27				
003-1	糖汁桃子	48	0.06				
003-2	糖汁桃子	24	0.06				
003-3	糖汁桃子	24	0.06				
005	沙 丁 魚	40	0.13	0.10	0.23	0.24	+0.01

6. 討論

(1) 根据以上試驗結果, 其誤差一般均在 ± 0.05 1/10⁶ 以內, 同一样品, 經多次試驗如表中所列 002-1 至 002-4 之原汁猪肉样品, 或以不同量之同一样品, 如表中所列 003-1 至 003-3 之糖水桃子样品, 比較結果, 均能一致。

(2) 本法除处理样品較費時間外, 一切檢驗手續, 尚較便捷, 平均每一样品經灰化后在 2 小时內可得結果, 样品愈多, 同

时进行，時間愈可节省，我們亦曾考虑采用煮化法或加酸碳化氧化之灰化法，以縮短处理样品之時間，但因一般硫酸、硝酸中，含鉛量較高，影响結果較甚，不得不放弃而仍取直接灰化法。

(3) 其他重金屬雜質，对本法均无影响，如样品中含錫較高时，可加溴化氫蒸去，如有高鉄存在，則加鹽酸羟胺可以还原。

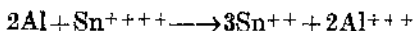
(4) 如缺乏光電池比色計，亦可以杜氏比色計代替。

(5) 本法适于工厂及商品檢驗局經常檢驗罐頭食品之用。

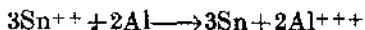
(三) 錫之化学測定方法

1. 原理^[1,2]

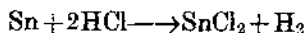
当金屬鋁、鋅或其他还原电位高于錫之金屬，在酸性溶液中可將四价錫还原成二价錫。



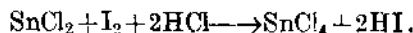
反应过程中，亦有部分 Sn^{++} 与鋁作用成海綿狀金屬錫沉淀。



但当鋁完全溶解后，錫与酸作用仍成 Sn^{++}



然后加过量的碘标准溶液以氧化 Sn^{++}



再用硫代硫酸鈉标准溶液在絕无空气之二氧化碳环境下，滴定多余的碘，以淀粉溶液为指示剂，可以測得錫之含量。

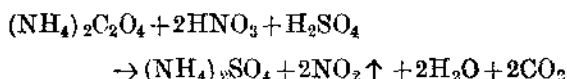


2. 樣品之處理

在罐頭食品中，大部份的錫，系由罐頭表面被腐蝕成氧化物

而溶解于汁內成为鹽类，亦有部分的錫与有机物相結合，因此在測定錫之含量时，必須先將有机物質煮化或灰化除去之，而以煮化法較妥且捷。

准确称取剛开罐除去表面 2 毫米厚之样品层，并均匀攪碎之样品 40 克(准确至 0.01 克)，于一 500 毫升磨口三角燒瓶中：以代替凱氏燒瓶，加入 20~30 毫升濃硝酸及濃硫酸 20 毫升，立即用具有磨砂口之冷凝管接上，加热煮化，待作用不甚剧烈，放去冷凝管內之水，使硝酸作用后分解所得之 NO_2 与水份得以随时逸去，并不时从冷凝管上口，緩緩加入少量硝酸，繼續加热至溶液清澈透明，移去冷凝管，冷却后加入 25 毫升飽和草酸銨溶液，加热至出現白色硫酸濃烟，繼續加热十分鐘，以驅尽硝酸。



3. 試劑制備

(1) 0.01*N* 硫代硫酸鈉标准溶液——溶解 2.482 克化学純粹之 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 于 1 升煮沸后冷却之蒸餾水中，過濾后按照測定手續，用錫标准溶液，定其濃度。

(2) 0.01*N* 碘标准溶液——溶解 1.269 克化学純粹之 I_2 及 3.60 克 KI 于 1 升蒸餾水中，与 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液比較，定其濃度。

(3) 淀粉指示剂——取 0.2 克淀粉，用少量水潤湿攪拌无結团块狀后，漸漸加入沸水 100 毫升中，一面不断攪拌，繼續煮沸至溶液澄清，冷却過濾后备用，此剂必須新鮮配制。

(4) 錫标准溶液(每毫升含錫 100 微克)——准确称取 0.1000 克純粹錫，溶于 500 毫升濃鹽酸中，用蒸餾水准确稀釋至 1 升。

(5) 鋁片——不含硫及錫之工业用鋁亦可。

(6) 二氧化碳——不含氧，重工業部上海化學試劑廠酒精車間出品。

(7) 焦性沒食子酸鹼溶液——溶解 5 克焦性沒食子酸于 100 毫升之 50% NaOH 溶液中，用以吸收二氧化碳中之氧。

(8) 硫酸銅溶液——溶解 5 克 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 于 100 毫升水內，用以吸收二氧化碳中之硫化氫。

4. 測定手續

將煮化後之樣品，待其冷卻至室溫後，在原三角瓶中加入濃鹽酸 25 毫升，立刻以三孔橡皮塞塞住，一孔插入管徑約為 5~6 毫米之 30 毫升分液漏斗，測定時將活塞關閉，以便在此用滴定管加入碘標準溶液之用，一孔插入一直徑約為 5~6 毫米之玻管，管端接近燒瓶內溶液之表面，他端順次經過一組蒸餾水，硫酸銅溶液及焦性沒食子酸鹼溶液等洗氣瓶，而與二氧化碳氣源相連接。第三孔則插入一相同直徑之玻管，一端伸入瓶內橡皮塞下約 2 厘米，作為二氧化碳氣之出口，其另一端則接一橡皮管而通入含有蒸餾水之小三角燒瓶中。

連接燒瓶與二氧化碳氣源，通入二氧化碳激流數分鐘，以除去其中空氣，將橡皮塞稍微舉起，迅速投入 0.4 至 0.5 克鋁片，立刻塞緊，同時繼續通入二氧化碳，待鋁片全部溶解後，煮沸數分鐘，停止加熱，加速二氧化碳氣流，立刻以冰水冷卻。

溶液完全冷卻後，將滴定管插入分液漏斗，注入 25 毫升 0.01 N 之碘標準溶液，徐徐開啟活塞，滴入碘標準溶液，注意勿使有空氣入內，用水沖洗漏斗兩次，勿使碘液損失，輕輕搖動燒瓶，并于冰水中冷卻數分鐘後，打開橡皮塞，用 0.01 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 標準溶液滴定多余之碘，將達終點時，加入淀粉指示劑 5 毫升，繼續滴定至溶液藍色褪盡，在半分鐘內不再變藍為止。

同时进行空白試驗，用等量之試剂，加入 25 毫升碘标准溶液后，用硫代硫酸鈉标准溶液滴定，按下式計算之。

$$X = \frac{(A-B) \times 0.5935 \times N \times 1000}{C}$$

X=罐头食品內錫之含量，毫克/公斤

A=空白試驗內 25 毫升碘液滴定时所需之 0.01N 硫代硫酸鈉标准溶液之容积，以毫升計。

B=滴定样品中多余碘所需硫代硫酸鈉溶液之容积，以毫升計。

N=硫代硫酸鈉标准溶液之当量濃度。

C=样品重量，以克計

0.5935 为 1 毫升 0.01N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 相当于錫之重量，以毫克計。

5. 注意事項

(1) 煮化样品至呈清澈溶液，冷却后，加入草酸銨饱和溶液，加热蒸发，必須將硝酸驅除殆尽，否則結果將偏高。

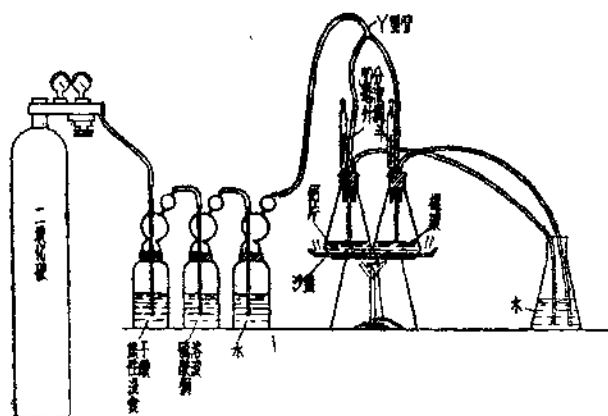
(2) 操作时应非常小心，注意是否漏气，在加入碘液以前，应勿使溶液与空气接触。

(3) 加入碘标准溶液时，溶液必須充份冷却，不宜放置过久，且須將分液漏斗关闭，以防空气混入氧化亞錫而影响結果。

(4) 在配制錫标准溶液时，所用之純錫，常易因儲藏时与空气接触而表面氧化，如有此种現象，可將純錫浸入濃鹽酸內數分鐘，以水洗淨干燥后，再行称重。

6. 試驗結果

代 号	样品名称	取样重量 (克)	样品中原 含 錫 量 $1/10^6$	加入 錫 量 $1/10^6$	总 錫 量 $1/10^6$	实际测得 錫 量 $1/10^6$	差 数 $1/10^6$
002	缸燒猪肉	40	43.93	40	83.93	83.41	-0.52
002	"	40	43.93	50	93.93	93.42	-0.51
7-6-1	"	40				21.54	
"	"	40				21.82	0.28
7-6-2	"	40				22.51	
"	"	40				22.79	0.28
004-1	原汁猪肉	40	29.53	50	79.53	78.64	+0.11
004-2	"	40	28.43	50	78.43	78.64	+0.21
7-8-3	"	40				18.18	
"	"	40				18.60	0.42
7-10	"	40				10.01	
"	"	40				10.57	0.56
003-1	濃汁猪肉	40	36.92	50	86.92	86.76	-0.16
003-2	"	40	36.18	50	86.18	86.76	+0.58
7-下-1	番茄配司	40	61.21	50	111.21	111.60	+0.39
7-下-2	"	40	252.63	50	302.63	302.7	+0.07
7-下-3	"	40	252.80	50	302.80	302.7	-0.10
7-下-9	"	40				61.47	
"	"	40				60.94	0.53
076-101	糖汁菠蘿	40	53.83	50	103.83	103.7	-0.13
001	糖汁桔子	40	0	120	120	119.7	-0.3
001	"	40	0	125	125	125.1	+0.1
7-8-4	糖汁桃子	40				23.08	
"	"	40				23.62	0.54



錫 荷 定 裝 置 圖

7. 討論:

(1) 根据以上試驗結果, 最大誤差一般均在 $\pm 0.5 \text{ } 1/100$

(2) 本法处理样品, 亦較迅速, 水果样品, 約需 2 小时, 魚类肉类样品, 則需 4 小时, 全部手續, 在一天內可得結果。

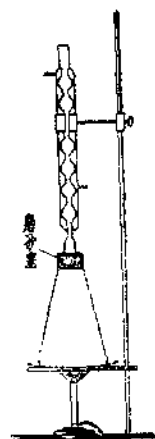
(3) 煮化样品时, 較一般用开氏定氮瓶, 時間可以大为縮短, 硝酸用量, 可以节省一半, 且試驗室內的生产卫生, 亦較妥善。

(4) 其他金屬雜質, 对本法均无影响, 毋須进行分离处理手續。

(5) 我們曾用純鋅代鋁以还原錫, 但覺作用过剧, 耗量甚多, 及不易完全, 但若不易取得純鋁, 工业用鋁亦可使用, 只須不含錫硫即可。

(6) 通二氧化碳滴定裝置, 可以并連順接数套, 样品多时, 可以同时进行节省時間与二氧化碳。

(7) 本法适于工厂及商品檢驗局經常檢驗罐頭食品之用。



煮化裝置圖

(四) 銅之化學測定方法

1. 原理^[4]

在銅鹽之氨溶液內加入二乙基代氨基甲硫羧酸鈉 (Sodium-diethyl-dithio-Carbamate) $\text{S}=\text{C} \begin{matrix} \text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \text{S}-\text{Na} \end{matrix}$ 之水溶液产生

黃色有机性銅鹽 $\begin{matrix} \text{S}=\text{C} & \text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ & \text{Cu} \\ \text{S}=\text{C} & \text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \end{matrix}$ 的沉淀, 此沉淀几不溶于水,