

AOAC

(美国公职分析家协会)

分析方法手册

译自 1984年版

上册



中国光学学会光谱专业委员会

1986年12月

R
54.6
373
=1

AOAC分析方法手册

上 册

译自《Official
Methods of Analysis
Of The
Association of Official
Analytical Chemists》
1984年第14版

上册译校者：

李迷信	孟广政	于建国	叶水英
刘宏远	曲善慈	刘震凤	单庆昌
张光伟	陈先安	李美桐	胡永礼
孟宪厚	傅绍济	常壁影	郝贡章
苏聚汉	李 冶	鲁连胜	张凤岗
刘列军	方 荣	鹿国芳	吕钟年

·中国光学学会光谱专业委员会·1986年12月·

目 录

第十四版(1984年版)序言.....	(1)
美国分析化学家协会(AOAC)简介.....	(2)
美国分析化学家协会的传统协作研究方法.....	(4)
术语说明和注释.....	(9)
1. 农用石灰质材料.....	(22)
硅酸钙炉渣.....	(25)
元素的重量分析法.....	(26)
元素的容量分析法.....	(28)
元素的比色分析法.....	(29)
2. 肥料.....	(33)
水份.....	(36)
磷.....	(37)
氮.....	(46)
钾.....	(55)
其它元素的分析.....	(64)
泥炭.....	(79)
3. 植物.....	(85)
金属元素.....	(86)
非金属元素.....	(102)
其它成分.....	(115)
色素类.....	(121)
烟草.....	(124)
4. 消毒剂.....	(132)
苯酚系数法.....	(132)
应用稀释法.....	(136)
其它试验.....	(138)
5. 危险品.....	(156)
6. 农药制剂.....	(162)
一般的分析方法.....	(162)

无机和有机金属农药及辅助剂.....	(172)
与天然产品有关的杀虫剂及其增效剂.....	(190)
有机卤农药.....	(203)
硫代亚磷和其它有机磷农药.....	(239)
氨基甲酸酯、取代脲和均三氮苯类农药.....	(261)
其它类农药.....	(275)
农药的普通名称和化学名称对照表.....	(283)
7. 动物饲料.....	(286)
蛋白质.....	(287)
脂肪和纤维.....	(300)
糖.....	(306)
金属, 其它元素和成分.....	(307)
8. 焙烤粉和焙烤用化学药品.....	(319)
9. 饮料: 蒸馏酒.....	(326)
烈性酒.....	(326)
露酒和利口酒.....	(349)
10. 饮料: 麦芽饮料酿酒原料.....	(353)
啤酒.....	(353)
大麦.....	(377)
麦芽.....	(378)
谷物添加剂.....	(388)
啤酒花.....	(391)
糖和糖浆调料.....	(394)
麦芽汁.....	(396)
酵母.....	(398)
酿酒谷物.....	(400)
11. 饮料: 酒类.....	(403)
一般的酒.....	(403)
防腐剂.....	(417)
香料.....	(419)
12. 饮料: 非酒精的和浓缩饮料.....	(421)
13. 可可豆及其制品.....	(430)
一般问题.....	(430)

壳.....	(432)
巧克力浆.....	(440)
脂肪.....	(441)
其它组分.....	(444)
14. 谷类食物.....	(452)
小麦面粉.....	(452)
小麦、黑麦、燕麦、玉米、荞麦、米、大麦、大豆及其制品(谷类添加剂除外).....	(471)
面包.....	(475)
焙烤制品.....	(481)
通心面、鸡蛋面和类似制品.....	(484)
15. 咖啡和茶.....	(492)
生咖啡.....	(492)
炒咖啡.....	(493)
茶.....	(498)
16. 奶酪制品.....	(501)
采样.....	(501)
牛奶.....	(505)
奶油.....	(544)
牛奶中的挥发物和凝聚物.....	(547)
奶粉、脱脂奶粉与麦乳精.....	(549)
黄油.....	(553)
干酪.....	(560)
冰淇淋与冷冻奶制品.....	(575)
17. 蛋类与蛋制品.....	(580)
18. 鱼类与水产品.....	(599)
19. 气味.....	(638)
香料提取物及其代用品.....	(638)
柠檬、柑桔与柚子中的提取物、香料与油.....	(653)
杏仁提取物.....	(661)
生姜提取物.....	(664)
薄荷、留兰香与冬青提取物.....	(665)
茴香与肉豆蔻提取物.....	(665)
香料提取物与香料制品.....	(665)
20. 食品添加剂: 直接的.....	(672)

抗氧化剂.....	(673)
化学防腐剂.....	(679)
乳化剂.....	(714)
酶.....	(716)
其它.....	(718)
21.食品添加剂:间接的.....	(736)
22.水果及水果制品.....	(744)
23.胶料、甜点心配料及混合物.....	(774)
24.肉及肉制品.....	(777)
25.食品中微量金属元素和其它元素.....	(799)
多元素测定法.....	(799)
单一元素测定法.....	(809)
26.天然毒物.....	(856)
真菌毒素.....	(856)
黄曲霉毒素.....	(858)
黄曲霉毒素 M ₁	(882)
棕曲霉毒素.....	(889)
棒曲霉毒素.....	(893)
柄曲霉毒素.....	(895)
玉米烯酮.....	(897)
海洋中的毒素.....	(899)
植物毒素.....	(899)
27.坚果与坚果制品.....	(900)
28.油和脂肪.....	(903)

第十四版(1984年版)序言

自第十三版出版以来的五年中,分析方法的发展和审批仍保持着与前一时期类似的速度。这期间出现了不少新技术,而原有的技术有些更为普及,有些则应用越来越少了。发展最快的是液相色谱(常常称之为HPLC)。在过去五年所采纳的167个方法中有42个或者说约25%用到了色谱法。而且无论液相色谱和气相色谱,内标物的应用也愈来愈广泛了。

在本版出现的新技术中,有可同时测定多种元素的电感耦合等离子体发射光谱法和用于计算食品中埃希氏杆菌数目的疏水网膜过滤法。自动化方法也连续出现,其中有一测定肥料中 K_2O 的方法。文中只用一般术语列出了对仪器性能的要求,并未写出具体的商标或型号。

除新方法外,某些原有的方法也做了很大改进,使得分析对象及范围更为广泛了。

增加新方法最多的是第6章(35个新方法)、第44章(14个新方法)和第46章(10个新方法)。这些新方法大多还增加了“方法的应用特性”一节,概括地列出了采纳该法所依据的联合实验研究的统计数据。

本版的主要变化在某几章。有几个方法过去一直放在第49章(光谱法)中,现在移至第3章(植物),而第49章则变成了题为“兽医毒物分析”的新内容。

在第6章农药中,根据其不同的类型,重新编排了七个小标题。第44、46章也做了较大的调整。

为将有关的药物放在一起,药物章即第36、37、38和39章也做了些改动。方法之间不

仅在一章之内而且在章与章之间进行了调换。当我和总评审员们一道编排这些章节时,很快就觉察到,这些药物分析法无论怎么安排都不十分理想,所以我只希望现在的做法能作到利多于弊。

由于预先考虑到将来需将第14版的“正式分析法”录制在计算机盘带上来简化以后的更正、修订和编索,所以我们把许多方法的标题版式安排得更适合(数据)资料处理的需要。本版中有关的参考文献不再放在一章的末尾,而是放在每个方法的末尾。在农药和药物的各章(6、29、36、37、38、39、40、41和42)中,每章末尾均按英文字母的顺序列出了这些农药和药物的通用名称和化学名称。

第14版之所以能够出版是大家共同努力的结果。在此要感谢那些副总评审员们,他们研究、修订和选择了最佳方法并组织指导了联合实验研究,确定了方法的应用性能,感谢联合实验研究的参加者们,他们为方法实验室间的确认研究贡献了自己的时间和智慧,感谢总评审员们,他们花费了许多时间对自己专业领域的方法与资料进行复审、编排和修订,并提出了许多宝贵的改进意见。特别要感谢AOAC的工作人员们,他们掌握、记录了大量方法的修改和审批情况、编写了一年一册的“方法变化”,他们编制了本版索引,提供了全面的编辑指南,并在促使我们大家如期完成任务上做了许多难能可贵的工作。

“美国分析化学家协会正式分析法”

主编 悉尼·威廉姆斯

美国分析化学家协会简介

目的与作用

美国分析化学家协会(AOAC)的基本任务是为分析食品、药物、饲料、肥料、农药、水质以及为分析影响公众健康和安全、影响消费者经济利益及环境质量的其它物质,研究、改进、试验和审批出精密、准确的统一方法;提高分析结果的一致性和可靠性;促进、引导、鼓励开展与农业、公共卫生以及与商品法规管理有关的分析科学研究,并为从事这方面研究的科学家们提供就其感兴趣的问题进行讨论的机会。

AOAC本身并无实验室也不进行分析和试验,分析方法的设计、试验等实际工作均是由AOAC的会员以官员和专家的身份完成的。这些会员可以是联邦、州、地区和市政法制机构的科学家,也可以是实验站、院校、商业团体或咨询实验室的科学家。

AOAC组织协调上述科学研究,接受、评议研究结果,正式审批合格的方法并予以出版、宣传和推广。

目前,分析方法的可靠性比以往任何时候都更为重要。法制机构需要可靠的、重现性好而又实用的方法去执行法律、法规;工业部门需要可靠的方法去依从和满足质量管理的要求。在美国,像AOAC这样通过实验室间的协作研究检验和审批分析方法,并将之做为自已基本任务的组织,可能只此一家。

会议

每年十月份召开的国际年会是AOAC一年工作中最重大的活动。在年会上,协会会员有机会同来自世界各地的同事们进行学术交流,并可通过科学会议、专题讨论、展览和短期培训更新自己的知识。

AOAC每年在不同的城市举办一次“春季实习班”(the spring Workshop),主要

是为分析检验人员举行一些注重实用的技术讲座并让他们进行实际操作训练。

各区域性分会还为当地和某一区域的实验室分析工作者组织一些地区性科学会议、专题讨论、短期培训或其它活动。区域性分会是由当地自发组成的委员会组织的。

协作活动

AOAC已在世界范围内的许多科学组织中设立了联席委员会,或派驻了联络员和代表。因此,分析方法常常是同其它制定标准的组织合作研究发展的。AOAC联络的北美以外地区的代表有英国伦敦的哈罗德·埃根(Harold Egan)和荷兰的玛格丽特·图因斯塔-拉瓦斯(Margreet Tuistra-Lauwaars)。他们的详细地址分别为: Laboratory of the Government Chemist, Cornwall House, Stamford st, London, UK SE1 9NQ; 电话+44-1928-7900; 和Langhoven 12. 6712SR Bennekom, Netherlands; 电话+31-8389-8725。

奖励

AOAC的奖励包括以下几项:(1)奖学金。即每年向一位志愿在公共卫生或农业的某一重要领域中进一步学习和工作的学生提供奖学金。(2)AOAC会员奖。奖给那些评审员和(或)委员会委员,他们是为该协会起码工作十年且成绩卓著者。(3)哈威·维利(Harvey W. Wiley)奖。该奖是为了纪念美国纯食品和药物法规之父和AOAC创造人而设立的。每年奖给在AOAC管辖领域中对分析方法做出卓越贡献的一位或一组科学家,奖金2500美元,由维利基金会提供。

出版物

AOAC出版的“正式分析方法”详细记述了各种正式方法,但无描述性或解释性材料或数据表。而它出版的AOAC杂志却包含

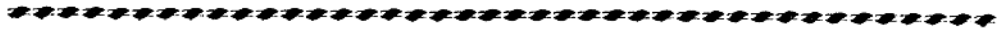
了有关分析方法的发展、确证和解释的研究论文和报告，以及所有联合实验研究的结果。杂志的撰稿人和读者遍及全世界的分析化学界。杂志称得上是方法研究者交流情报的一个论坛。AOAC杂志还记录和报导国际年会的情况，包括委员会和评审员的报告；官员，评审员和委员会成员名单；协会所有的正式决议；新审批的方法等等。协会还出版分析科学家感兴趣的各種书籍、手册，专题会议的论文集等。

会员

AOAC是由协会会员及一些相应机构组成的。主要的机构有：负责行政事物和制定政策的指导委员会、正式方法委员会、编辑委员会、负责方法研究发展和一般活动的某些常务委员会和其它小组、以及执行出版计划和管理整个协会的协会总部。

AOAC会章规定协会会员资格可分四等：会员、准会员、政府资助经费的成员和私人捐助经费的成员。从事有关农业、公共卫生分析工作和分析方法研究工作的化学家、微生物学家及其它科学家，不论他们是在学院、大学还是在任何地区、州、省或国家政府机构工作，均可成为会员。准会员是与AOAC所管辖的商品和物资有关的商业和工业部门的代表。政府资助和私人资助经费的会员分别是向AOAC提供活动资金的政府机构和私人企业的代表。

协会免费向全体成员分发“评审员”会刊。该刊每年出版十期，内容是关于方法的消息，关于联合实验研究的消息，会议的预告和总结性报导，以及AOAC成员及协会本身的一些消息。每个成员还可收到协会会员姓名通信录，一年一册。



美国分析化学家协会的传统协作研究方法

协作研究的组织机构和

具体作法

分析化学家协会(AOAC)是一个统一的非盈利性科学组织,其基本宗旨是为学术界、政府管理或研究机构、以及工业部门的需要服务。为他们执行法规、控制质量和研究工作提供所需要的分析方法。协会的目标是使所提供的方法在一般实验室条件下应用时具有必要的准确度和精密度(1)。自从1884年成立以来,AOAC对如何从已发表的文献中选择分析方法或研究开发新的分析方法,通过实验室间的协作研究检验这些方法,确认批准这些方法,以及发表出版已批准的方法等方面建立了一整套有效的制度和办法。至今研究批准的方法已涉及到食品、药物、化妆品、农药、饲料、肥料、法医科学以及影响公众健康与福利的其它产品等范围很广的物质。AOAC的成员由许多国家的政府官员、学术界人士、工业实验室的科学家及一般工作人员组成。他们在AOAC的上述研究活动中以研究员、方法协作员及委员会委员等身份进行工作。

对于那些用于一般目的,特别是用于管理目的的分析方法,AOAC一直是采用协作研究的办法来确定它们的可靠性。这种协作研究法已有100年的经验了。事实上AOAC对分析科学的主要贡献就在于:它创立了协作研究法并使其在确证分析方法的过程中日臻完善并达到了十分严密的程度。在此协作研究中,各实验室共同分析一些具有实际意义并能代表所选方法应用范围的同一样品。研究的目的是根据需要确定方法的准确度、精密度、灵敏度、范围、专一性、检测限、可靠测量限、选择性、实用性和类似的性能特征。

协作研究由一位被指定为副评审的分析家来组织和指导。目前被协会指定的副评审约有700人,负责约700个课题的研究。副评审是根据他们的知识、兴趣和对该研究领域所具有的经验而选择的。副评审在总评审的科学指导与支持下工作,而总评审则是研究某一产品领域的负责人。副评审负责查阅、研究文献资料,选择一、二个较为适宜的现成方法,必要时做些改进。同时,他们也可采纳自己实验室曾经用过的关于该待测物和基质的分析方法,不过需在设计协作研究方案前充分试验并把初步研究情况——向总评审汇报。

协作研究中所分析的样品一般由副评审制备,并分发至各参加单位。协会采纳了Youden(2)的建议,认为参加协作研究的实验室不得少于五个,每个实验室又至少收做5个样品材料。这些只是最低限,在实际研究中,一般实验室数和样品数均会超过此限度。此外,在可能的条件下还要包括一个参考样品或实习样品。

被当选参加协作研究的实验室应起码在一般研究题材方面有某些经验。由于研究的目的是评价分析方法而不是评价分析者本人的水平(3),所以每个分析人员都必需严格按照写好的方法指南进行操作,即使他们对副评审的某些规定有不同看法也须如此。样品中待测物的含量对参加协作的分析人员来说是未知的。

协作研究者所得到的全部结果均需报给副评审,然后由副评审进行汇总与评价。在

严格评价方法的准确度、精密度、灵敏度和专一性时,数据的统计处理是必不可少的,所以现在协会要求所有协作研究都必需对数据进行统计处理,凡副评审认为有困难时,协会便会派出统计助理员,并提供统计手册(4)。

副评审对方法的性能做出初步判断,如果他(或她)建议批准,就应将其交给总评审,然后再交专家委员会。如果总评审和专家委员会也推荐批准,则应将该方法提交协会年度工作会议,进行投票,正式表决通过。

已批准的方法及为其提供依据的数据均要发表在《Journal of the Association of Official Analytical Chemists》刊物上,在其最后正式采纳之前,还要经过起码一年的时间由其它分析人员详尽研究和普遍验证。如果在一般应用中发现方法本身或指南写法上有缺陷,则可能进行修改或根据需要重新进行协作研究。已经批准的方法均要写入协会的正式批准方法简编“Official Methods of Analysis”中,该书每4—5年修订一次。

总之, AOAC认为,对那些未经严格细致研究和实验室间检验(其准确度、精密度、专一性和实用性)的分析方法应抱健康的怀疑态度。

研究方法的选择

所有的测量都伴有某种程度的变异性。分析化学方面的许多研究工作就是企图把这种变异性减至最小。但分析工作中存在着许多不同类型的变异性。我们常常发现,当我们力图减小某种变异性时,必须允许另一种变异性扩大。在实用分析化学中,问题常常是要知道需将哪一种变异性减至最小。

关于这一点,举几个实例可能是有帮助的。在原子量的测定中,至关重要的是准确

度,其它所有的性能指标,特别是实用性均需为其做出牺牲。在贵金属的分析中,要求高度的准确性与实用性,但火试金法一般只能用于金属和矿物。在临床化学中,实验室内的精密度(重复性)是最关键的,对临床实验室来说,它往往比绝对准确度及与其它实验室数值的一致性(再现性)更有意义。在药物分析中,从治疗学的角度,要求方法有高度的准确性,因为分析值说明了药物制剂的同一性、强度、质量和纯度。正如药典规范中所断言的它直接关系着临床价值。对于多核碳水化合物来说,方法的专一性是很重要的。因为这些化合物中有些是致癌的,而另一些则不是。在执行美国联邦食品、药物、化妆品法规中著名的Delaney条款时,与可检测性(能检出极低的浓度)及灵敏度(能对微小的浓度变化作出灵敏地响应)相比,分析方法的其它属性都是次要的。

对于准确度来说,有一很特殊的情况,即用所选定的分析方法测定“真值”。有关食品和农产品的许多法规和标准中规定用参考方法来测定水份、脂肪、蛋白质、粗纤维等不确定组份。因此这些参考方法的精密度便成了它们整个性能指示中的限制性因素。但在实际商品交易中,对绝大多数分析的主要要求是能给买卖双方提供一致认可的数值(分析上和经济上),而不管此数据的绝对准确性如何。

上述实例归结为一点,说明虽然分析方法的整个性能是由许多属性(准确度、精密度、专一性、灵敏度、可检测性、依赖性和实用性)决定的,但没有一个方法是尽善尽美的,不可能使所有这些属性都同时达到最佳程度,对于任何特定的分析来说,分析者必须根据分析目的确定哪些属性是最重要的,哪些属性是可以折中的。遗憾的是,文献中到处都有这样的实例,即仅靠某一单独的分析人员特别是一个分析方法的开创者。这样很难作到毫无偏见地判断出一个分析方法的优

缺点。但根据我们的经验,协作研究却能在方法的适用性方面作出公正无偏的评价,因为在多数情况下是靠数据本身来说明问题的。

协作研究(也有人称作环形试验或循环试验)能给分析方法的质量提供一些基本数据。而这些数据的可靠程度取决于提供的样品数目、进行的分析次数以及参加试验的实验室数。因为样品的已知成分只有研究的管理者知道,所以各分析者报出的数据是客观和公正的。现将对每种特征和属性协作研究的要求分述如下:

(1) **准确度**: 研究准确度时要求样品的组成必须是已知的(由添加量、出厂成份单、或其它分析方法的结果得知)。

(2) **专一性**: 研究专一性时要求样品含有相关的分析物。

(3) **灵敏度**: 研究灵敏度时要求使用含量彼此不同的一系列样品。

(4) **适用性**: 研究适用性时要求这些样品处于所感兴趣的浓度范围且含有所感兴趣的基体成分。

(5) **空白**: 研究空白时应使用若干个基体不同且不含待测成分的样品。

(6) **精密度**: 协作研究指南上会注明要求。或者由同一个人作若干次重复分析,或是由同一实验室的不同分析人员进行重复分析,这些重复分析最好不在同一天进行。更好的方法是重复分析过程中不让分析者知道,突然地加进一个含量不同的样品。

(7) **实用性**: 研究指南上将要求实验者记录分析所需要的实际时间和经过的时间,试剂、仪器、标样是否易得,所作的任何必要的代用或替换。当包括实习样品时,还要报告达到指定回收率和重复性所需进行的分析次数。

协作研究过程中的某些细节

正如刚刚进入该领域的许多人所发现的那样,在分发样品前,必需做大量的准备工作。

(1) 必须选出方法。将其用于感兴趣的浓度和基体,加以考验。

(2) 应确定该方法的关键性变量,并需强调对这些变量的必要控制[为此,进行一种稳定性试验是有益的(5)]。

(3) 副评审应将方法详尽写出,并由一位事先与此方法的研究无关的分析人员进行试验。

(4) 不常用的标样、试剂和仪器设备必须能从一般的商业部门买到。否则则需统一制备或购买,待数量足够时再分别装备各参加单位。

(5) 样品必须一致、均匀,使分析样品造成的误差在预期的分析误差内忽略不计。

(6) 必须制备足够数目的样品,使其能包括各种典型的基体和待测物浓度范围(允许限、最大或最小值、出现信号的近似浓度等等)。

(7) 必须包括至少6个实验室和足够的样品以提供最少30个数据点。建议有更多的实验室参加和更多的样品用于此研究。

(8) 样品必须稳定,能够经受商品运输过程中的各种严峻环境。

(9) 应制备和保存一些备用样品,以便代替和补充遗失或损失的样品。或在认为分析结果偏差过大时重新分析样品找出结果异常原因时使用。

(10) 研究指南的内容必须阐述清楚,并应经某一与该研究无关的人重新审查,以发现潜在的容易发生误解和混乱的语句。

(11) 如果待测物易发生变化(如细菌数、硝化甘油片剂量等)必须周密安排使所有的参加者在同一时间开始分析。

(12)应随研究指南同时配备一个已知浓度和组成的实习样品,在实验结果未能达到所规定的回收率和重复性(或其它指标)之前,不得开始分析未知样品。

(13)必要时需规定参加者交出校准曲线图、记录图纸和薄层板的照片等,以便于寻找造成误差的可能原因。

其它类型的实验室间研究

这种类型的协作研究是为确定一个方法的特性而设计的。必须注意与其它类型无价值的实验室间研究区别开。最重要的其它类型的研究有:

(1)第一种研究要求协作者去研究部份方法的变异性或部份方法对不同样品类型的适用性。一般来说,欲获得这方面的研究结果,室间研究法并不是一种有效的办法。

(2)允许分析者使用任一自选的方法进行分析。这种研究总是产生极分散的结果,因此给出的数据对评价方法来说价值不大。在从许多种表面上看好坏差不多的方法中选择一种方法时,上述那些研究方法可能是有用的。如果是为此目的,必须事先加以强调,并让参加者详述所用的方法,以便以后根据表观偏差和变动系数对方法的某些细节进行修改或更正。

(3)用于质量控制方面的研究。在这些研究中参加者不同意再费更多的时间去熟悉采用的分析方法;另一种情况是参加者允许采用的方法在分析过程中引入偏差,哪怕这种偏差明显增大也没关系,只要它不影响最后的分析结果;再有一种情况是参加者主张采用一种最好的分析方法。

下面是AOAC同CIPAC(国际农药协作分析委员会有限公司)(6)协作时商定的做为部份准则的一些术语说明。

协作研究: 这种研究办法是由若干个实验室用相同的方法(一种或几种)分析相同

的样品(一个或多个),目的是评价分析方法(一种或几种)的性能。

初步实验室间研究: 这种研究办法是由两个或多个实验室参加,其目的是评价一种方法,确定它是否已具备条件作为协作研究的对象。

实验室实验水平检查: 分析经仔细制备的均匀样品(其活性成分的含量是已知的),以证实和考核实验室或分析人员的实验水平。

摘 要

协作研究是一种经设计用来评价一种分析方法性能的实验,由多个实验室分析多个同样的样品。由于有适当的设计,它可以把这种实验委托于将来要使用这种方法的分析人员进行,由他们对方法的性能作出公正的评价。必须把协作研究与那些用于选择某一方法及用于确定实验室或分析人员实际水平的研究区分开来。

参 考 文 献

- (1) Handbook for AOAC Members, AOAC Arlington, VA(1982).
- (2) W.J.Youden, "Accuracy of Analytical Procedures," *J.Assoc. off. Agric. Chem.*, 45 169—173(1962).
- (3) H. Egan, "Methods of Analysis; An Analysis of Methods," *J.Assoc. Off. Anal. Chem.*, 60, 260—267(1977).
- (4) W.J.Youden and E. H. Steiner, "Statistical Manual of the AOAC Statistical Techniques for Collaborative Tests.Planning and Analysis of Results of Collaborative Tests," AOAC, Arlington, VA (1975).
- (5) W. J. Youden, "The Collaborative Test," *J. Assoc. Off. Agric. Chem.*, 46, 55—62(1963).
- (6) "Guidelines for Collaboration Between the Association of Official Analytical

Chemists(AOAC)and the Collaborative
inter-national Pesticides Analytical Coun-
cil Ltd.(CIPAC), " *J. Assoc. Off.*
Anal.Chem., 57, 447-449(1941).
D.Banes, "The Collaborative Study as

a Scientific Concept," *J. Assoc. Off.*
Anal. Chem., 52, 203-206(1969).
W.Horwitz "Problems of Sampling and
Analytical Methods." *J. Assoc. Off.*
Anal. Chem., 59, 1197-1203(1976).

术 语 说 明 和 注 释

试 剂

(1)“H₂O”：除有特别说明和不与测定物混合的水(如水浴中的水)外,均指蒸馏水。

(2)“乙醇”：指95%的乙醇(以体积计)。制备强度为X%的乙醇,可取X毫升95%乙醇,加H₂O稀释至95毫升。绝对乙醇是99.5%的乙醇(以体积计)。用作试剂的特殊变性乙醇(SDA),配方如下:

SDA号	100份乙醇再加下述份数的物质
1	5 木醇
2-B	0.5 苯或碳氢橡胶溶剂
3-A	5 MeOH
12-A	5 苯
13-A	10 乙醚
23-A	10 丙酮
30	10 MeOH

“试剂”乙醇是指95份SDA3-A加5份异丙醇

(3)“醚”，指乙醚。可通过下述实验检查其是否是不含过氧化物的：取420毫升乙醚置于分液漏斗中，加入9.0毫升含有1% NH₄VO₃的H₂SO₄(1+16)溶液。振摇，令其分层。将下层溶液放到25毫升玻璃量筒中，用H₂SO₄(1+16)溶液稀释至10毫升，并混匀。所形成的橙色色度不能超过0.30毫克H₂O₂(即1毫升由1毫升30%H₂O₂用H₂O稀释至100毫升所形成的溶液)与9.0毫升含1%NH₄VO₃的H₂SO₄(1+16)溶液所形成的橙色色度。欲消除过氧化物，可让不多于700毫升的乙醚通过一支装有Woelm碱性氧化铝柱(长10厘米×内径22毫米)。

(4)下列试剂除另有说明者外，都应具

有所标明的近似浓度，并符合美国化学学会有关分析级试剂推荐规格中所规定的纯度：

硫酸	95.0—98.0% H ₂ SO ₄
盐酸	36.5—38.0% HCl
硝酸	69.0—71.0% HNO ₃
发烟硝酸	≥90% HNO ₃
醋酸	≥99.7% HC ₂ H ₃ O ₂
氢溴酸	47.0—49.0% HBr
氨氧化铵	28—30% NH ₃
磷酸	≥85% H ₃ PO ₄

凡未指明稀释之处，试剂均为上述浓度的。

(5)所有其它试剂或试液，除书中另有说明的，均应符合美国化学学会的要求。凡有关规格尚未明确者，均应使用最高级试剂。当需用无水盐时，文内应指明用无水盐，否则就是指结晶品。

(6)除另有说明外，酚酞指示剂是1%的乙醇溶液，甲基橙是0.1%的水溶液，甲基红是0.1%的乙醇溶液。

(7)试剂标定方法指南见第50章。

(8)在文中的试剂一节或参见条尚未提及的不常用试剂，即实验室中一般不常备的试剂，应当在方法中第一次出现时，均以斜体标明(中文本未做此区别—译者)。

(9)商业部门制备的试剂溶液必须经检查核对后方能用于特定的方法，因为这些溶液中可能含有一些未标明的缓冲剂、防腐剂、螯合剂等。

(10)连在试剂名称后面的表达式如(1+2)、(5+4)等，第一个数字是指所用试剂的体积，第二个数字是指水的体积。例如：HCl(1+2)是指1体积HCl和2体积H₂O混合后形成的试剂。当其中的一种试剂是固体时，此式即以重量计。第一个数字代表固体试剂的重量，第二个数字代表H₂O的重量。

凡未指明是以什么溶剂制备的溶液均为水溶液。

(11)配制某一百分浓度的溶液,是指取X克溶质溶于 H_2O 中,并稀释至100毫升。虽然这种做法在理论上并不正确,但对本书内的任何方法均不会造成明显的误差。

(12)铬酸洗液的制备方法如下:(1)在约35毫升饱和 Na_2CrO_7 水溶液中加入1升 H_2SO_4 ,或(2)将2220毫升(9磅) H_2SO_4 加到约25毫升饱和 CrO_3 水溶液(170克/100毫升)中。试剂可用工业级的。洗液只有当器皿先用其它方法(如洗涤剂)清洗并沥干后方可使用。该混合物昂贵而危险。可重复使用,直至变稀或发绿为止。丢弃时要小心,用大量水冲洗。

(13)所有的计算均依据国际原子量表52.001。

仪 器

(14)滴定管、容量瓶和移液管应符合如下规格:

滴定管	NNN-B-00789a	1965.5.19
容量瓶	NNN-F-289d	1977.2.7
移液管	NNN-P-395d	1978.2.24
刻度吸量管	NNN-P-350c	1973.7.16

(15)凡规定或意指接在玻璃仪器上的塞子,均可用标准磨口的玻璃接头代替。

(16)有关筛的表示方法,除特有说明外,均如联邦规格RR-S-366e所述。“100目(或别的数字)的粉末(材料等)”是指材料磨细后可通过100号(或别的数字)的标准筛。表1列出了相应的国际标准筛和美国(US)标准筛。

(17)“纸”,除另有说明外,均是指滤纸。

(18)“高速混合器”是指一种混合器,它具有四个倾斜的、带有锋利边棱的不锈钢叶片,位于一个有四瓣凸起的容器底部,可

以每分钟1000—12000转的速度旋转,或具有与之相当的剪切作用。悬浮的固体在叶片和容器凸起的作用下渐成细浆,而后者又可使悬浮的固体涡旋于刀片间。

(19)“平头搅棒”是指一端平头的玻璃棒,即将玻璃棒用火焰烧软后,放在平面上垂直压下,使头上形成一个具有平底圆盘。

(20)多孔玻璃滤器的级别与孔径范围的表示方法如下:超粗,170—220微米;粗的,40—60,中等,10—15,细的,4—5.5, Jena表示法是:1号—110微米,2号—45微米,3号—25微米,4号—8微米。

(21)温度,除另有说明外,均指摄氏度数。

标准操作

(22)凡操作中规定“用2(或3、4、等)份10毫升(或其它体积)的 H_2O (或其它溶剂)洗涤(淋洗、提取等)”,是指要用指定体积的溶剂进行操作并用相同体积的溶剂重复,直至达到所要求的次数。

(23)一些方法包括分光光度法中所用术语的定义刊登在JAOAC37,54(1954)上。最重要的原理和定义如下:

(1)方法中所用的较不准确的仪器,均可用更准确的仪器来代替(例如,可用分光光度计代替比色计)。方法中所规定的波长可理解为最大吸光度(A)处的波长,除非无峰存在。

(2)吸光度(A)一样品透过率(T)与参比或与标准透过率之比的负对数(以10为底)。其它曾用来代表此术语的名称有光密度、消光以及吸收度。

(3)吸收系数(a)一单位浓度和单位吸收池长度的吸光度。 $a = A/bc$,式中b为厘米数,c为克/升,假如C为毫克/升,则 $a = (A/bc) \times 1000$ 。

其它曾用于代表该量或有关量的名称

表 1 标准试验筛的标称尺寸(美国标准筛)

筛 的 名 称		标称筛孔(英寸)	标称网丝直径毫米
国标准(ISO)*	美国标准		
12.5毫米 ^b	1/2英寸 ^b	0.500	2.67
11.2毫米	7/16英寸	0.438	2.45
9.5毫米	3/8英寸	0.375	2.27
8.0毫米	5/16英寸	0.312	2.07
6.7毫米	0.265英寸	0.265	1.87
6.3毫米 ^b	1/4英寸	0.250	1.82
5.6毫米	No.3 ^{1/2}	0.223	1.68
4.75毫米	No.4	0.187	1.54
4.00毫米	No.5	0.157	1.37
3.35毫米	No.6	0.132	1.23
2.80毫米	No.7	0.111	1.10
2.38毫米	No.8	0.0937	1.00
2.00毫米	No.10	0.0787	0.900
1.70毫米	No.12	0.0661	0.810
1.40毫米	No.14	0.0555	0.725
1.18毫米	No.16	0.0469	0.650
1.00毫米	No.18	0.0394	0.580
850 微米 ^c	No.20	0.0331	0.510
710 微米	No.25	0.0278	0.450
600 微米	No.30	0.0234	0.390
500 微米	No.35	0.0197	0.340
425 微米	No.40	0.0165	0.290
355 微米	No.45	0.0139	0.247
300 微米	No.50	0.0117	0.215
250 微米	No.60	0.0098	0.180
212 微米	No.70	0.0083	0.152
180 微米	No.80	0.0070	0.131
150 微米	No.100	0.0059	0.110
125 微米	No.120	0.0049	0.091
106 微米	No.140	0.0041	0.076
90 微米	No.170	0.0035	0.064
75 微米	No.200	0.0029	0.053
63 微米	No.230	0.0025	0.044
53 微米	No.270	0.0021	0.037

a. 这些标准规定是与国际标准化组织所推荐的试验筛的筛孔值相一致的。

b. 这些筛不属于标准筛,但因目前仍在普遍采用所以也引入表中。

c. 1000微米=1毫米。

有:消光系数、比吸收、吸光指数和E%厘米。

(4)透射率(T)—在同一光谱位置和狭缝宽度下所测量的,透过样品的辐射能与射在样品上的辐射能之比。认为光束是平行光,并以垂直的方向投射于和样品表面平行

的平面上。如果样品是溶液,那么通常是求溶质的透过率。它等于同一池中溶液透过率与同溶剂透过率之比。曾用来表示此量的其它名称有transmittancy、transmission。

(5)校准—通常可用下述求线来校验分光光度计波长刻度的准确性:239.95、248.3、