

GB

中国

国家

标准

汇编

2008年制定



中国国家标准汇编

384

GB 21970~22034

(2008 年制定)

中国标准出版社 编

中国标准出版社

北京

图书在版编目 (CIP) 数据

中国国家标准汇编: 2008 年制定. 384: GB 21970~
22034/中国标准出版社编. —北京: 中国标准出版社,
2009

ISBN 978-7-5066-5296-4

I. 中… II. 中… III. 国家标准-汇编-中国-2008
IV. T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 075155 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码: 100045

网址 www.spc.net.cn

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 38.75 字数 1 155 千字

2009 年 6 月第一版 2009 年 6 月第一次印刷

*

定价 200.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 68533533

ISBN 978-7-5066-5296-4



9 787506 652964 >

出版说明

1. 《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。它在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 《中国国家标准汇编》收入我国每年正式发布的全部国家标准,分为“制定”卷和“修订”卷两种编辑版本。

“制定”卷收入上一年度我国发布的、新制定的国家标准,顺延前年度标准编号分成若干分册,封面和书脊上注明“20××年制定”字样及分册号,分册号一直连续。各分册中的标准是按照标准编号顺序连续排列的,如有标准顺序号缺号的,除特殊情况注明外,暂为空号。

“修订”卷收入上一年度我国发布的、被修订的国家标准,视篇幅分设若干分册,但与“制定”卷分册号无关联,仅在封面和书脊上注明“20××年修订-1,-2,-3,……”字样。“修订”卷各分册中的标准,仍按标准编号顺序排列(但不连续);如有遗漏的,均在当年最后一分册中补齐。需提请读者注意的是,个别非顺延前年度标准编号的新制定的国家标准没有收入在“制定”卷中,而是收入在“修订”卷中。

读者配套购买《中国国家标准汇编》“制定”卷和“修订”卷则可收齐上一年度我国制定和修订的全部国家标准。

3. 由于读者需求的变化,自 1996 年起,《中国国家标准汇编》仅出版精装本。

4. 2008 年我国制修订国家标准共 5946 项。本分册为“2008 年制定”卷第 384 分册,收入国家标准 GB 21970~22034 的最新版本。

中国标准出版社

2009 年 5 月

目 录

GB/T 21970—2008	水质 组胺等五种生物胺的测定 高效液相色谱法	1
GB/T 21971—2008	YZD 系列起重用多速三相异步电动机技术条件	11
GB/T 21972.1—2008	起重及冶金用变频调速三相异步电动机技术条件 第1部分:YZP 系列 起重及冶金用变频调速三相异步电动机	25
GB/T 21973—2008	YZR3 系列起重及冶金用绕线转子三相异步电动机技术条件	43
GB/T 21974—2008	YZRW 系列起重及冶金用涡流制动绕线转子三相异步电动机技术条件	63
GB/T 21975—2008	起重及冶金用三相异步电动机可靠性试验方法	83
GB 21976.1—2008	建筑火灾逃生避难器材 第1部分:配备指南	95
GB/T 21977—2008	骆驼绒	103
GB/T 21978.3—2008	降水量观测仪器 第3部分:虹吸式雨量计	115
GB/T 21978.6—2008	降水量观测仪器 第6部分:融雪型雨雪量计	125
GB/T 21979—2008	饲料级 L-苏氨酸	135
GB/T 21980—2008	专业运动服装和防护用品通用技术规范	141
GB/T 21981—2008	动物源食品中激素多残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	151
GB/T 21982—2008	动物源食品中玉米赤霉醇、 β -玉米赤霉醇、 α -玉米赤霉烯醇、 β -玉米赤霉 烯醇、玉米赤霉酮和玉米赤霉烯酮残留量检测方法 液相色谱-质谱/ 质谱法	181
GB/T 21983—2008	暖冬等级	192
GB/T 21984—2008	短期天气预报	199
GB/T 21985—2008	主要农作物高温危害温度指标	211
GB/T 21986—2008	农业气候影响评价:农作物气候年型划分方法	219
GB/T 21987—2008	寒潮等级	225
GB/T 21988—2008	塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂 水中筛分析	233
GB/T 21989—2008	塑料 聚氯乙烯糊 用 Severs 流变仪测定表观黏度	239
GB/T 21990—2008	聚氯乙烯(PVC)糊 刮板细度的测定	249
GB/T 21991—2008	塑料 试验用聚氯乙烯(PVC)糊的制备 行星混合器法	253
GB/T 21992—2008	糊用聚氯乙烯树脂 杂质与外来粒子数的测定	261
GB/T 21993—2008	聚氯乙烯树脂 甲醇或乙醇萃取物含量的测定	265
GB/T 21994.1—2008	氟化镁化学分析方法 第1部分:试样的制备和贮存	269
GB/T 21994.2—2008	氟化镁化学分析方法 第2部分:湿存水含量的测定 重量法	273
GB/T 21994.3—2008	氟化镁化学分析方法 第3部分:氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法	277
GB/T 21994.4—2008	氟化镁化学分析方法 第4部分:镁含量的测定 EDTA 容量法	283
GB/T 21994.5—2008	氟化镁化学分析方法 第5部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法	289
GB/T 21994.6—2008	氟化镁化学分析方法 第6部分:二氧化硅含量的测定 钼蓝分光 光度法	295
GB/T 21994.7—2008	氟化镁化学分析方法 第7部分:三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分 光光度法	301
GB/T 21994.8—2008	氟化镁化学分析方法 第8部分:硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法	307

GB/T 21995—2008	饲料中硝基咪唑类药物的测定 液相色谱-串联质谱法	313
GB/T 21996—2008	饲料添加剂 甘氨酸铁络合物	321
GB/T 21997.1—2008	土工试验仪器 液限仪 第1部分:碟式液限仪	329
GB/T 21997.2—2008	土工试验仪器 液限仪 第2部分:圆锥式液限仪	337
GB/T 21998—2008	地理标志产品 德化白瓷	345
GB/T 21999—2008	蚝油	363
GB/T 22003—2008	食品安全管理体系 审核与认证机构要求	371
GB/T 22021—2008	国家大地测量基本技术规定	387
GB/T 22022—2008	地理信息 时间模式	398
GB/T 22023—2008	液体食品超高温瞬时灭菌(UHT)设备验收规范	445
GB/T 22024—2008	气雾剂级正丁烷(A-17)	455
GB/T 22025—2008	气雾剂级异丁烷(A-31)	469
GB/T 22026—2008	气雾剂级丙烷(A-108)	483
GB/T 22027—2008	热塑性弹性体 命名和缩略语	496
GB/T 22028—2008	热浸镀锌螺纹 在内螺纹上容纳镀锌层	503
GB/T 22029—2008	热浸镀锌螺纹 在外螺纹上容纳镀锌层	509
GB/T 22030—2008	车用乙醇汽油调合组分油	515
GB/T 22031—2008	干酪及加工干酪制品中添加的柠檬酸盐含量的测定 酶-比色法	523
GB/T 22032—2008	系统工程 系统生存周期过程	532
GB/T 22033—2008	信息技术 嵌入式系统术语	581
GB/T 22034—2008	信息技术 藏文编码字符集键盘字母数字区的布局	601



中华人民共和国国家标准

GB/T 21970—2008

水质 组胺等五种生物胺的测定 高效液相色谱法

Water quality—Determination of putrescine, cadaverine, spermidine, spermine and histamine—High performance liquid chromatography method

2008-06-11 发布

2008-06-11 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国科学技术部和中国分析测试协会共同提出。

本标准由全国仪器分析测试标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：中国医学科学院药物研究所、中国计量科学研究院。

本标准参加起草单位：中国人民解放军军事医学科学院、中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、中国科学院生态环境研究中心、北京理工大学、国家地质实验测试中心、岛津北京分析中心、北京市理化分析测试中心、中国农业科学院、中国地质大学(北京)、中国测试技术研究院。

本标准主要起草人：杜冠华、吕扬、李红梅、王琰、董方霆。

水质 组胺等五种生物胺的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了用苯甲酰氯衍生化-高效液相色谱-紫外检测法测定水中腐胺、尸胺、亚精胺、精胺及组胺含量的方法。

本标准适用于水中 2.0 mg/L~40.0 mg/L 的腐胺、尸胺、亚精胺、精胺及组胺的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379.1—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB/T 12999 水质采样 样品的保存和管理技术规定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

水样 water sample

供实验室检验或测试的未经处理的水。

3.2

试样 treated water

经过衍生化和萃取处理后,供高效液相色谱仪测试用水样。

4 原理

水样经苯甲酰氯衍生化后用乙醚萃取,萃取物经溶剂转换后用高效液相色谱-紫外检测器检测,外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 苯甲酰氯(C_7H_5OCl)。

5.2 乙醚($C_4H_{10}O$)。

5.3 甲醇(CH_4O):色谱纯。

5.4 乙腈(C_2H_3N):色谱纯。

5.5 氯化钠($NaCl$)。

5.6 氮气(N_2):99.99%。

- 5.7 滤膜:0.45 μm ,水相。
- 5.8 一次性过滤器: $\phi 13\text{ mm}\sim 15\text{ mm}$,0.45 μm ,有机相。
- 5.9 氢氧化钠(NaOH)溶液:2.0 mol/L。
称取4 g 氢氧化钠,用50 mL 水溶解完全后,混匀。
- 5.10 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)溶液:0.02 mol/L。
称取1.54 g 乙酸铵于1 L 容量瓶中,用水完全溶解,稀释至刻度,经滤膜(5.7)过滤。
- 5.11 腐胺标准储备溶液:1.00 mg/mL。
准确称取0.182 7 g 盐酸腐胺($\text{C}_4\text{H}_{12}\text{N}_2\cdot 2\text{HCl}$,纯度 $\geq 99\%$)准确至0.000 1 g,于100 mL 容量瓶中,用水溶解完全后,稀释至刻度,混匀。于4℃保存,有效期为3个月。
- 5.12 尸胺($\text{C}_5\text{H}_{14}\text{N}_2$)标准储备溶液:1.00 mg/mL。
准确称取0.100 0 g 尸胺(纯度 $\geq 99\%$)准确至0.000 1 g,于100 mL 容量瓶中,用水完全溶解后,稀释至刻度,混匀。于4℃保存,有效期为3个月。
- 5.13 亚精胺($\text{C}_7\text{H}_{19}\text{N}_3$)标准储备溶液:1.00 mg/mL。
准确称取0.100 0 g 亚精胺(纯度 $\geq 99\%$)准确至0.000 1 g,于100 mL 容量瓶中,用水完全溶解后,稀释至刻度,混匀。于4℃保存,有效期为3个月。
- 5.14 精胺($\text{C}_{10}\text{H}_{26}\text{N}_4$)标准储备溶液:1.00 mg/mL。
准确称取0.100 0 g 精胺(纯度 $\geq 99\%$)准确至0.000 1 g,于100 mL 容量瓶中,用水完全溶解后,稀释至刻度,混匀。于4℃保存,有效期为3个月。
- 5.15 组胺($\text{C}_5\text{H}_9\text{N}_3$)标准储备溶液:1.00 mg/mL。
准确称取0.100 0 g 组胺(纯度 $\geq 99\%$)准确至0.000 1 g,于100 mL 容量瓶中,用水完全溶解后,稀释至刻度,混匀。于4℃保存,有效期为3个月。
- 5.16 标准工作溶液:使用时配制。
- 5.16.1 分别移取10.0 mL 腐胺(5.11)、尸胺(5.12)、亚精胺(5.13)、精胺(5.14)及组胺(5.15)标准储备溶液,置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,获得标准混合溶液。此标准混合溶液1 mL 含腐胺、尸胺、亚精胺、精胺及组胺各0.100 mg。
- 5.16.2 按表1 分别移取不同体积的标准混合溶液(5.16.1)置于50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

表1 标准工作溶液配制

标准混合溶液体积/mL	1.00	2.00	5.00	10.00	20.00
腐胺、尸胺、亚精胺、精胺、组胺浓度/(mg/L)	2.00	4.00	10.00	20.00	40.00
定容体积/mL	50	50	50	50	50

6 仪器

- 6.1 高效液相色谱仪,紫外检测器:带梯度洗脱装置。
- 6.2 色谱柱: C_{18} 色谱柱,或性能相当者。
- 6.3 液体混匀器(或称涡旋混匀器)。
- 6.4 恒温水浴箱。
- 6.5 具塞刻度试管:10 mL。
- 6.6 分析天平:感量0.1 mg。

7 样品的制备和保存

7.1 水样保存

水样密封,于4℃保存,保存期不超过7 d。

7.2 试样保存

试样密封,于4℃保存,保存期不超过7 d。

8 测定步骤

警告:由于有机生物胺成分可能存在有一定的毒副作用及过敏反应,实施本标准操作时建议配戴口罩和橡胶手套。

8.1 水样的衍生和萃取

8.1.1 移取2.00 mL水样置于10 mL具塞刻度试管(6.5)中,加入1 mL氢氧化钠溶液(5.9)、20 μ L苯甲酰氯(5.1),在液体混匀器(6.3)上涡旋30 s,置于37℃水浴(6.4)中振荡,反应时间20 min,反应期间每隔5 min涡旋30 s。

8.1.2 衍生反应完毕后,加入1 g氯化钠(5.5)、2 mL乙醚(5.2),振荡混匀,涡旋30 s,静置。待溶液分层后,用滴管将乙醚层完全移取至10 mL具塞刻度试管(6.5)中,用氮气(5.6)或吸耳球缓缓吹干乙醚,加1.00 mL甲醇(5.3)溶解,再用一次性过滤器(5.8)过滤后,作为高效液相色谱分析用试样。

8.2 不同浓度标准工作溶液的衍生和萃取

8.2.1 移取2.00 mL不同浓度的标准工作溶液分别置于5个10 mL具塞刻度试管(6.5)中,加入1 mL氢氧化钠溶液(5.9)、20 μ L苯甲酰氯(5.1),在液体混匀器(6.3)上涡旋30 s充分混匀。

8.2.2 萃取步骤同8.1.2。

8.3 高效液相色谱测定

8.3.1 色谱条件

- a) 色谱柱: C₁₈色谱柱, 5 μ m, 4.6 mm×250 mm, 或性能相当者;
- b) 柱温: 室温;
- c) 流动相: A(乙腈), B(0.02 mol/L 乙酸铵)。梯度洗脱条件见表2;
- d) 检测波长: 254 nm;
- e) 进样量: 20 μ L。

表2 梯度洗脱条件

时间/min	流速/(mL/min)	A(乙腈)/%	B(0.02 mol/L 乙酸铵)/%
0.00	1.0	30	70
5.00	1.0	75	25
10.00	1.0	75	25
15.00	1.0	30	70

8.3.2 液相色谱分析测定

8.3.2.1 仪器的准备

开机,预热,使用流动相冲洗色谱柱,待基线稳定30 min后开始进样。

8.3.2.2 定性分析

利用保留时间定性法。根据腐胺、尸胺、亚精胺、精胺及组胺的标准色谱图(参见附录A)中各物质的保留时间,确定样品中物质。

8.3.2.3 定量分析

校准方法为外标法。

8.3.2.3.1 校准曲线制作

使用衍生化的标准工作溶液(8.2.2)分别进样,以标准工作溶液浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,分别绘制腐胺、尸胺、亚精胺、精胺及组胺的校准曲线。

8.3.2.3.2 试样测定

使用试样(8.1.2)分别进样,每个试样重复3次,获得每个物质的峰面积。根据校准曲线计算被测试样中腐胺、尸胺、亚精胺、精胺及组胺的含量(mg/L)。

水样中各待测物质的响应值均应在本标准的线性范围内。

注:当试样中某种生物胺的响应值高于本标准的线性范围时,应将水样稀释适当倍数后再进行衍生、萃取和测定。

9 结果计算

结果按式(1)计算:

$$X = f \times c \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——水样中被测物质含量,单位为毫克每升(mg/L);

f——稀释倍数;

c——从标准工作曲线得到试样溶液中被测物质的含量,单位为毫克每升(mg/L)。

10 精密度

本标准精密度数据按照 GB/T 6379.1—2004 和 GB/T 6379.2—2004 规定确定,重复性和再现性值以 95%的置信度计算,精密度结果应满足表 3 要求。

表 3 水质中五种生物胺含量范围及重复性和再现性方程

成分	水平范围/(mg/L)	重复性限(r)	再现性限(R)
腐胺	2.0~40.0	$r=0.726\ 5+0.250\ 1\ m$	$R=0.908\ 1+0.381\ 4\ m$
尸胺	2.0~40.0	$r=0.090\ 8+0.305\ 4\ m$	$R=0.474\ 6+0.433\ 3\ m$
亚精胺	2.0~40.0	$r=0.008\ 4+0.295\ 1\ m$	$R=0.776\ 6+0.391\ 0\ m$
精胺	2.0~40.0	$r=-0.188\ 6+0.358\ 5\ m$	$R=1.393\ 0+0.609\ 7\ m$
组胺	2.0~40.0	$r=0.333\ 4+0.373\ 1\ m$	$R=0.336\ 9+0.589\ 7\ m$

注: m 表示两次测定结果的算术平均值,单位为毫克每升(mg/L)。
如果两次测定值的差值超过重复性限 r,应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

精密度实验结果参见附录 B,图示参见附录 C。

11 实验报告

实验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别水样、实验室和分析日期等资料;
- b) 遵守本标准规定的程度;
- c) 分析结果及其表示;
- d) 测定中观察到的异常现象;
- e) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。

12 质量控制与质量保证

实验人员、仪器设备、标准物质及水样的采集与保存等应满足如下要求:

- a) 操作人员应按照国家相关规定,并具备从事相应实验的技术能力;
- b) 仪器应通过检定或校准,在有效使用期内;
- c) 建议采用有证标准物质,若采用自配标样,应使用有证标准物质对自配标样进行验证;
- d) 水样采集和保存应严格执行本标准、GB/T 12999 及国家其他相关规定,实施全过程质量控制和质量保证。

附录 A
(资料性附录)

五种生物胺标准物质衍生物色谱图

五种生物胺标准物质衍生物的色谱图,见图 A.1。

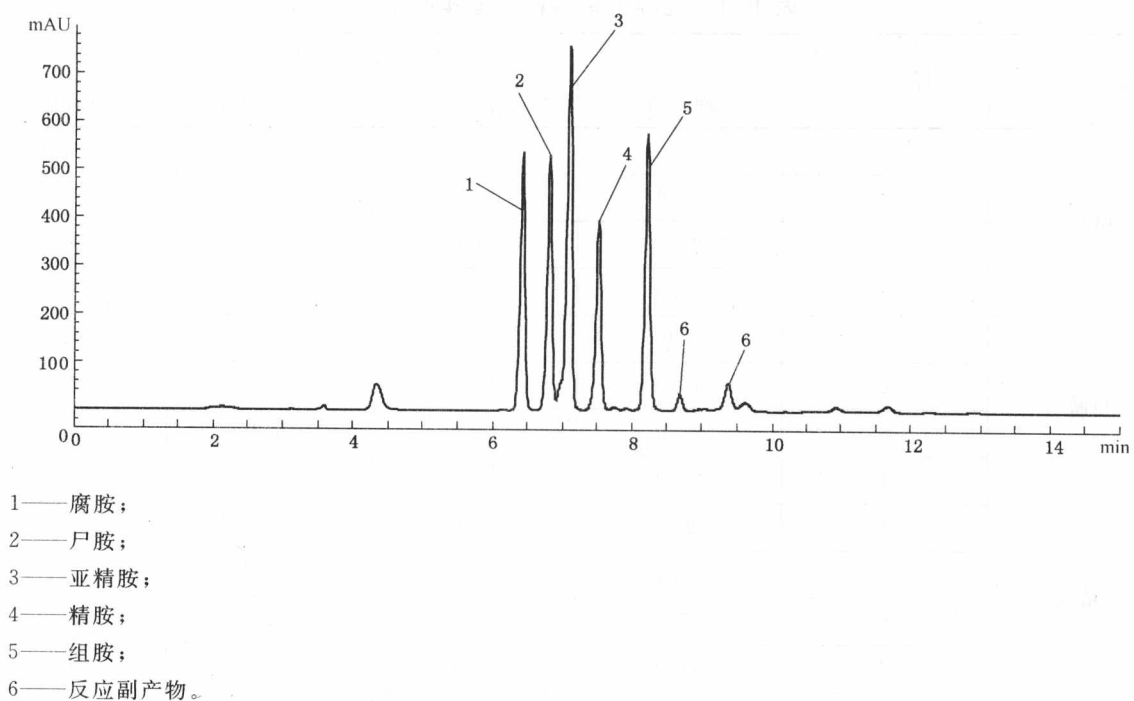


图 A.1 五种生物胺标准物质衍生物的色谱图

附 录 B
(资料性附录)

五种生物胺的精密度实验结果

五种生物胺的精密度实验结果见表 B.1。

表 B.1 五种生物胺精密度实验结果

成 分	样 品	实验结果/(mg/L)			
		理论值	测定结果平均值	重复性限(<i>r</i>)	再现性限(<i>R</i>)
腐胺	1	2.0	2.3	1.3	1.8
	2	15.8	15.4	4.0	7.7
	6	23.7	24.6	6.4	6.4
	3	39.6	40.3	12.6	20.2
尸胺	3	2.0	2.0	0.7	1.4
	2	16.0	15.8	4.7	7.9
	6	23.9	25.0	6.2	6.6
	1	39.9	39.5	15.0	23.6
亚精胺	1	2.1	2.2	0.7	1.7
	4	16.4	15.8	3.7	7.1
	6	25.2	27.0	6.6	8.8
	2	41.0	33.4	13.5	16.6
精胺	4	2.1	2.1	0.6	2.8
	3	16.4	13.8	3.8	8.3
	6	24.6	30.4	6.4	14.8
	1	41.0	43.3	24.1	38.0
组胺	2	2.0	2.1	1.1	1.6
	6	24.1	24.9	9.7	13.2
	3	40.2	35.7	13.5	23.8

附录 C (资料性附录)

五种生物胺的精密度数据图示

五种生物胺的精密度图示分别见图 C.1~图 C.5,对应的公式见本标准第 10 章。其中 R 表示再现性限, r 表示重复性限。

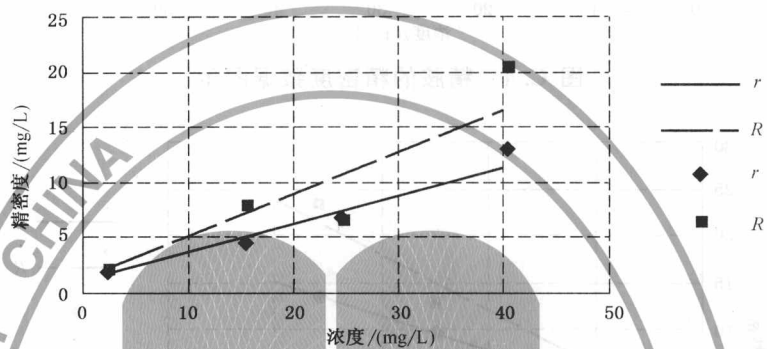


图 C.1 腐胺的精密度数据图示

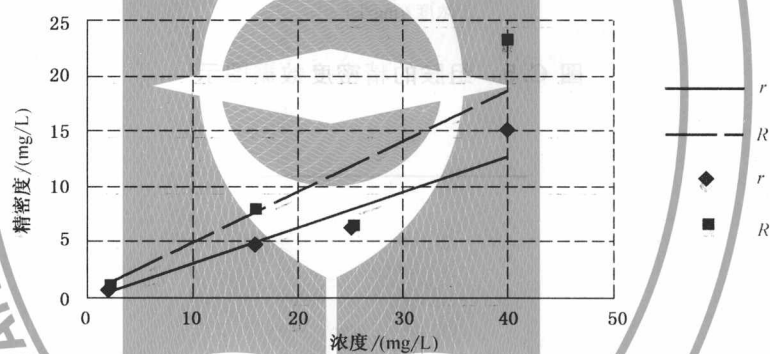


图 C.2 尸胺的精密度数据图示

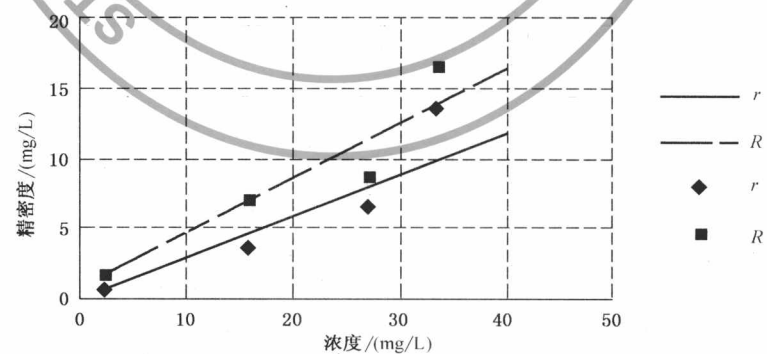


图 C.3 亚精胺的精密度数据图示

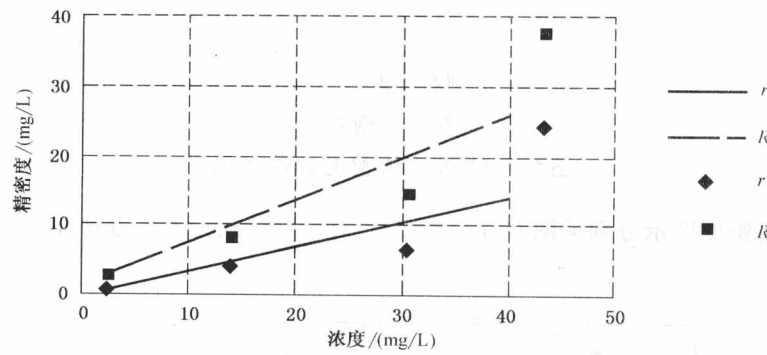


图 C.4 精胺的精密数据图示

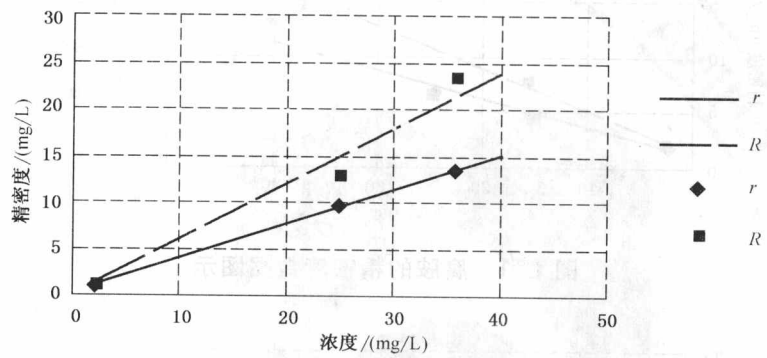


图 C.5 组胺的精密数据图示



中华人民共和国国家标准

GB/T 21971—2008

YZD 系列起重用多速三相异步电动机 技术条件

Technical specifications for YZD range of multi-speed three-phase induction
motors for crane application

2008-06-13 发布

2009-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布