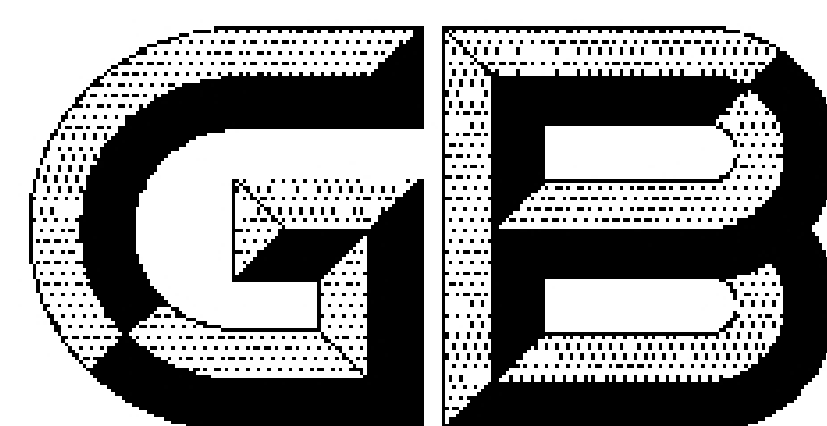




中华人民共和国国家标准

GB 22548—2017
代替 GB/T 22548—2008

饲料添加剂 磷酸二氢钙

Feed additive—Monocalcium phosphate

2017-10-14 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的第1章、第3章和第5章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 22548—2008《饲料级 磷酸二氢钙》。

本标准与 GB/T 22548—2008 相比除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 砷的指标参数,由 0.003%调整为 20 mg/kg;pH 由 ≥ 3 调整为 3~4(见 3.2,2008 年版 4.2);
- 删除了重金属含量的指标要求及分析方法(2008 年版 4.2 和 5.10);
- 删除了铅含量测定中双硫脲分光光度法(2008 年版 5.11.2);
- 增加了镉含量和铬含量指标参数和试验方法(见 3.2 和 4.11、4.12)。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准负责起草单位:中海油天津化工研究设计院、四川省饲料工作总站、中化云龙有限公司、四川龙蟒磷化工有限公司、四川川恒化工股份有限公司。

本标准参加起草单位:云南新龙矿物质饲料有限公司。

本标准主要起草人:李光明、李云、罗显明、范先国、陈文静、罗蜀峰、杨应高、王永红。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 22548—2008。



饲料添加剂 磷酸二氢钙

1 范围

本标准规定了饲料添加剂磷酸二氢钙的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于湿法磷酸生产的饲料添加剂磷酸二氢钙。
分子式： $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
相对分子质量：252.06(按 2007 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第 1 部分：金属丝编织网试验筛
- GB/T 6436—2002 饲料中钙的测定
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079—2006 饲料中总砷的测定
- GB/T 13080—2004 饲料中铅的测定方法 原子吸收光谱法
- GB/T 13082—1991 饲料中镉的测定方法
- GB/T 13083—2002 饲料中氟的测定 离子选择电极法
- GB/T 13088—2006 饲料中铬的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样

3 要求

- 3.1 外观：白色、灰褐色或略带微黄色粉末或颗粒。
- 3.2 饲料添加剂磷酸二氢钙按本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
总磷(P), $w/\%$	≥ 22.0
水溶性磷(P), $w/\%$	≥ 20.0
钙(Ca), $w/\%$	≥ 13.0
氟(F)/(mg/kg)	$\leq 1\,800$
砷(As)/(mg/kg)	≤ 20
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 30
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 10

表 1（续）

项 目	指 标
铬(Cr)/(mg/kg) ≤	30
游离水分, w/% ≤	4.0
细度(通过 0.5 mm 试验筛), w/% ≥	95
pH(2.4 g/L 溶液)	3~4
注：用户对细度有特殊要求时,由供需双方协商。	

4 试验方法

4.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!必要时,需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

4.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4.3 感官检验

在充足的自然光下,以目视法判定外观。

4.4 鉴别

4.4.1 试剂和材料

- 4.4.1.1 冰乙酸。
- 4.4.1.2 盐酸溶液:1+1。
- 4.4.1.3 氨水溶液:1+1。
- 4.4.1.4 草酸铵溶液:100 g/L。
- 4.4.1.5 硝酸银溶液:17 g/L。

4.4.2 钙离子的鉴别

取少量试样约 0.1 g,加 5 mL 冰乙酸溶解,煮沸。冷却后过滤,滤液加 5 mL 草酸铵溶液,产生白色沉淀。此沉淀在盐酸溶液中溶解。

4.4.3 磷酸根鉴别

取少量试样约 0.1 g,溶于 10 mL 水中,加 1 mL 硝酸银溶液,生成黄色沉淀,此沉淀溶于过量氨水溶液,不溶于冰乙酸。

4.5 总磷含量的测定

4.5.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的磷酸根全部与加入的喹钼柠酮沉淀剂形成沉淀。通过过滤、烘干、称



量,计算含量。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.5.2.2 硝酸溶液:1+1。

4.5.2.3 喹钼柠酮溶液:

- a) 称取 70 g 钼酸钠($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解于 100 mL 水中;
- b) 称取 60 g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解于 150 mL 水中;
- c) 在搅拌下将溶液 a)倒入溶液 b)中;
- d) 在 100 mL 水中加入 25 mL 浓硝酸,加 5 mL 喹啉;
- e) 将溶液 d)倒入溶液 c)中,放置 12 h 后,用玻璃砂坩埚过滤,再加入 280 mL 丙酮,用水稀释至 1 000 mL 摇匀,放入聚乙烯瓶中保存。

4.5.3 仪器



4.5.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

4.5.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 180 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 0.8 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸和少量水,盖上表面皿,煮沸 10 min。冷却后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于磷含量、钙含量的测定。

4.5.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时进行同样处理。

4.5.4.3 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A 和空白试验溶液分别置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸溶液,加水至总体积约 100 mL,加热至微沸,加 50 mL 喹钼柠酮溶液,盖上表面皿,于水浴中加热至杯内物温度达 75 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$,保持 30 s(加热时不得用明火,加试剂或加热时不能搅拌,以免生成凝块)。冷却至室温,冷却过程中搅拌 3 次~4 次。用预先在 180 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤上层清液,用倾析法洗涤沉淀 5 次~6 次,每次用水约 20 mL,将沉淀转移至玻璃砂坩埚中,继续用水洗涤 3 次~4 次。将玻璃砂坩埚置于电热干燥箱中,于 180 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘 45 min,取出,置于干燥器中冷却至室温,称量。

4.5.5 结果计算

总磷含量以磷 (P)的质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.014 0}{m \times 20/250} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_1 ——试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量,单位为克(g);
- m_0 ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量,单位为克(g);
- m ——试料的质量,单位为克(g);

0.014 0——磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.2 %。

4.6 水溶性磷含量的测定

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于瓷(或玛瑙)研钵中。加水研磨,每次加 25 mL 水,连续研磨 4 次,水溶液全部转移到 250 mL 容量瓶中,摇动 30 min(2 次/s),用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去初始 20 mL 滤液,用移液管移取 20 mL 滤液,置于 250 mL 烧杯中,以下操作按 4.5.4.3“加 10 mL 硝酸溶液……”开始测定并计算,同时做空白试验。

4.7 钙含量的测定

4.7.1 方法提要

同 GB/T 6436—2002 中第 10 章。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 蔗糖溶液:25 g/L。

4.7.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.7.2.3 其他同 GB/T 6436—2002 中第 11 章。

4.7.3 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水,加 5 mL 蔗糖溶液,加 2 mL 三乙醇胺,加入 1 mL 乙二胺,加 1 滴孔雀石绿指示液,滴加氢氧化钾溶液至无色,再过量 10 mL,加 0.1 g 盐酸羟胺(每加一种试剂都要摇匀),加钙黄绿素少许,在黑色背景下用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由绿色荧光消失呈显紫红色为终点。

4.7.4 结果计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_2 计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——试验溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——EDTA 标准滴定溶液的准确实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量(见 4.5.4.1),单位为克(g);

M ——钙(Ca)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.08$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

4.8 氟含量的测定

4.8.1 方法提要

同 GB/T 13083—2002 中第 3 章。

4.8.2 试剂

同 GB/T 13083—2002 中第 4 章。

4.8.3 仪器

同 GB/T 13083—2002 中第 5 章。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g~1.00 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 容量瓶中,加 16 mL 盐酸溶液(1+4),加水稀释至刻度,摇匀。

4.8.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液,置于 50 mL 容量瓶中,用总离子缓冲溶液稀释至刻度,摇匀。按 GB/T 13083—2002 中第 7 章进行测定并计算。

4.9 砷含量的测定

4.9.1 方法提要

同 GB/T 13079—2006 中 5.1。

4.9.2 试剂

同 GB/T 13079—2006 中 5.2。



4.9.3 仪器

同 GB/T 13079—2006 中 5.3。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 试验溶液 B 的制备

称取 2.0 g~5.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,加 20 mL 盐酸溶液(1+1),加热溶解,冷却后,置于 250 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,干过滤。此滤液为试验溶液 B,用于砷、铅、镉和铬含量的测定。

4.9.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 B,置于 100 mL 容量瓶中,按 GB/T 13079—2006 中 5.4.3 进行测定并计算。

4.10 铅含量的测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 B,按 GB/T 13080—2004 中第 7 章进行测定并计算(扣除背景值)。

4.11 镉含量的测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 B,置于 100 mL 容量瓶中,按 GB/T 13082—1991 中 6.3 进行测定并计算。

4.12 铬含量的测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 B,置于 100 mL 容量瓶中,按 GB/T 13088—2006 中 3.5.2 的规定

进行测定并计算。

4.13 游离水分测定

4.13.1 仪器

4.13.1.1 称量瓶： $\phi 30\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ 。

4.13.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.13.2 分析步骤

称取约 2.0 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于已在 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶中，将称量瓶放入 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥 3 h，于干燥器中冷却 20 min，称量。

4.13.3 结果计算

水分以质量分数 w_3 计，按式(3)计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量，单位为克(g)；

m_0 ——干燥后试料和称量瓶的质量，单位为克(g)；

m ——试料的质量，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

4.14 细度的测定

4.14.1 仪器、设备

试验筛(符合 GB/T 6003.1—2012)：R40/3 系列 $\phi 200\text{ mm} \times 50\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}$ 。

4.14.2 分析步骤

称取 20.0 g 试样，精确至 0.01 g，置于试验筛上进行筛分，称量筛下物。

4.14.3 结果计算

细度以质量分数 w_4 计，按式(4)计算：

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——筛下物质量，单位为克(g)；

m ——试料的质量，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.15 pH 测定

4.15.1 仪器、设备

酸度计：分度值为 0.02，配有复合电极或玻璃电极及甘汞电极。

4.15.2 分析步骤

称取 $0.24\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 150 mL 烧杯中，加 100 mL 水溶解。用已经校对好的酸度计对试

验溶液进行测定。

5 检验规则

5.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的产品为一批,但每批产品不得超过 60 t。

5.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定进行采样。

5.3 出厂检验

表 1 所列项目中,总磷、水溶性磷、钙、氟、游离水分和细度为出厂检验项目。

5.4 型式检验

型式检验项目为第 3 章的全部要求。产品正常生产时,每半年至少进行一次型式检验,但有下列情况之一时,亦进行型式检验:

- a) 产品定型时;
- b) 生产工艺或原料来源有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 停产三个月以上,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

5.5 判定规则

检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6 标签、包装、运输和贮存

6.1 标签

按 GB 10648 执行。

6.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

6.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质共运。

6.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质混贮。

7 保质期

在规定的运输、贮存条件下,保质期为 24 个月。
