



中华人民共和国国家标准

GB 22549—2017
代替 GB/T 22549—2008

饲料添加剂 磷酸氢钙

Feed additive—Dicalcium 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4章和第6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 22549—2008《饲料级 磷酸氢钙》。

本标准与 GB/T 22549—2008 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了砷的指标参数,由 0.003%调整为 20 mg/kg(见 4.2,2008 年版的 5.2);
- 删除了铅含量测定中双硫脲分光光度法(2008 年版的 6.11.2);
- 增加了铬含量指标参数和试验方法(见 4.2、5.13);
- 增加了游离水分指标参数和试验方法(见 4.2、5.15)。

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、四川龙蟒磷化工有限公司、中化云龙有限公司。

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、柏凡、范先国、罗显明、马先林、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 22549—2008。

饲料添加剂 磷酸氢钙

1 范围

本标准规定了饲料添加剂磷酸氢钙的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于用湿法磷酸按一定的钙磷比生产出的饲料添加剂磷酸氢钙。

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 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 分类

按生产工艺不同分成Ⅰ型、Ⅱ型和Ⅲ型。

4 要求

- 4.1 外观：白色或略带微黄色粉末或颗粒。
4.2 饲料添加剂磷酸氢钙按本标准的试验方法检测应符合表1中的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标		
	Ⅰ 型	Ⅱ 型	Ⅲ 型
总磷(P),w/% ≥	16.5	19.0	21.0
枸溶性磷(P),w/% ≥	14.0	16.0	18.0

表 1（续）

项 目			指 标			
			I 型	Ⅱ 型	Ⅲ 型	
水溶性磷(P),w/％			≥	—	8.0	10.0
钙(Ca),w/％			≥	20.0	15.0	14.0
氟(F)/(mg/kg)			≤	1 800		
砷(As)/(mg/kg)			≤	20		
铅(Pb)/(mg/kg)			≤	30		
镉(Cd)/(mg/kg)			≤	10		
铬(Cr)/(mg/kg)			≤	30		
游离水分,w/％			≤	4.0		
细度,w/％	粉状,通过 0.5 mm 试验筛		≥	95		
	粒状,通过 2 mm 试验筛		≥	90		
注：用户对细度有特殊要求时,由供需双方协商。						

5 试验方法

5.1 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。

5.2 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、GB/T 603 的规定制备。

5.3 感官检验

在充足的自然光下,以目视法判定外观。

5.4 鉴别

5.4.1 试剂和材料

- 5.4.1.1 冰乙酸。
- 5.4.1.2 盐酸溶液:1+1。
- 5.4.1.3 氨水溶液:1+1。
- 5.4.1.4 草酸铵溶液:100 g/L。
- 5.4.1.5 硝酸银溶液:17 g/L。

5.4.2 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。

5.4.3 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。

5.5 总磷含量的测定

5.5.1 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,计算总磷含量。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.5.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.5.2.3 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。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。

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

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 1.0 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,用于总磷和钙含量的测定。

5.5.4.2 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。

5.5.4.3 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。

5.5.5 结果计算

总磷含量以磷(P)的质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

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

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%。

5.6 枸溶性磷的测定

5.6.1 方法提要

用中性柠檬酸铵溶液溶解和提取试样中的磷酸根,采用磷钼酸喹啉重量法测定磷含量。

5.6.2 试剂

中性柠檬酸铵溶液:溶解 74 g 柠檬酸置于 300 mL 水中,加 69 mL 氨水,在酸度计控制下用氨水调节溶液 pH 为 7.0,用比重计测其相对密度为 1.09(20 ℃),将溶液贮存于密闭的瓶中备用(如果长期使用,用前需要校正其酸度)。

5.6.3 仪器

- 5.6.3.1 酸度计;分度值为 0.2,配有玻璃电极和饱和甘汞电极。
- 5.6.3.2 比重计。
- 5.6.3.3 电热恒温水浴器:温度控制在 65 ℃±2 ℃。

5.6.4 分析步骤

称取 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 容量瓶中,加 100 mL 中性柠檬酸铵溶液,将容量瓶置于 65 ℃±2 ℃电热恒温水浴器中保温 1 h,时常打开瓶盖,每间隔 15 min 摇动一次,每次摇动 30 s,取出容量瓶,冷却至室温,用水稀释到刻度,摇匀。干过滤,弃去初始的 20 mL 滤液,以下操作按 5.5.4.3 “用移液管移取 20 mL 试验溶液 A……”开始进行测定并计算,同时做空白试验。

5.7 水溶性磷的测定

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.2 mg,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 5.5.4.3 “加 10 mL 硝酸溶液……”开始进行测定并计算,同时做空白试验。

5.8 钙含量的测定

5.8.1 方法提要

同 GB/T 6436—2002 中第 10 章。

5.8.2 试剂

同 GB/T 6436—2002 中第 11 章。

5.8.2.1 蔗糖溶液:25 g/L。

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

5.8.3 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 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。

5.8.4 结果计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_2 计,按式(2)计算:

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

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 5.5.4.1),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%。

5.9 氟含量的测定

5.9.1 方法提要

同 GB/T 13083—2002 中第 3 章。

5.9.2 试剂

同 GB/T 13083—2002 中第 4 章。

5.9.3 仪器

同 GB/T 13083—2002 中第 5 章。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 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。

5.9.4.2 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。



5.10 砷含量的测定

5.10.1 方法提要

同 GB/T 13079—2006 中 5.1。

5.10.2 试剂

同 GB/T 13079—2006 中 5.2。

5.10.3 仪器

同 GB/T 13079—2006 中 5.3。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 试验溶液 B 的制备

称取 2.0 g~10.0 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,移置 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。

5.10.4.2 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。

5.11 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)。

5.12 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。

5.13 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 进行测定并计算。

5.14 游离水分的测定

5.14.1 仪器

5.14.1.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

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

5.14.2 分析步骤

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于已在 50 $^{\circ}\text{C}$ $\pm$ 2 $^{\circ}\text{C}$ 下恒重的玻璃砂坩埚中,加 5 mL 丙酮,用细玻璃棒搅拌均匀后抽滤,再用丙酮洗涤两次,每次 5 mL 丙酮,将盛试料的玻璃砂坩埚放在通风橱放置 10 min,然后置于 50 $^{\circ}\text{C}$ $\pm$ 2 $^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥 2 h,在干燥器中冷却 20 min,称量。

5.14.3 结果计算

游离水分以质量分数 w_3 计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

.....(3)

式中:

m_1 ——干燥前试料和玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和玻璃砂坩埚的质量,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 0.2%。

5.15 细度的测定

5.15.1 仪器、设备

试验筛(符合 GB/T 6003.1—2012):R40/3 系列 $\phi 200\text{ mm} \times 50\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}$ 和 $\phi 200\text{ mm} \times 50\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ 。

5.15.2 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。

5.15.3 结果计算

细度以质量分数 w_4 计,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100\%$$

.....(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 0.5%。

6 检验规则

6.1 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。

6.2 采样

按 GB/T 14699.1 的规定进行采样。

6.3 出厂检验

表 1 所列项目中,总磷、枸溶性磷、水溶性磷、钙、氟、游离水分和细度为出厂检验项目。

6.4 型式检验

型式检验项目为第 4 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,亦应进行型式检验:

- 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。

6.5 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。

7 标签、包装、运输和贮存



7.1 标签

按 GB 10648 执行。

7.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

7.3 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。

7.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋,禁止与有毒有害物质混贮。

8 保质期

在规定的运输、贮存条件下,保质期为 24 个月。
