

表 1 要求

项 目	指 标		
	I 型	II 型	III 型
总磷(P)含量/% \geq	16.5	19.0	21.0
枸溶性磷(P)含量/% \geq	14.0	16.0	18.0
水溶性磷(P)含量/% \geq	-	8	10
钙(Ca)含量/% \geq	20.0	15.0	14.0
氟(F)含量/% \leq	0.18		
砷(As)含量/% \leq	0.003		
铅(Pb)含量/% \leq	0.003		
镉(Cd)含量/% \leq	0.001		
细度(粉状 通过 0.5 mm 试验筛)/% \geq (粒状 通过 2 mm 试验筛)/% \geq	95 90		
注：用户对细度有特殊要求时，由供需双方协商。			

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性和腐蚀性，操作时需要小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

6.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观

在充足的自然光下，以目视法判别样品的外观。

6.4 鉴别

6.4.1 试剂

6.4.1.1 冰乙酸。

6.4.1.2 盐酸溶液：1+1。

6.4.1.3 氨水溶液：1+1。

6.4.1.4 草酸铵溶液：100 g/L。

6.4.1.5 硝酸银溶液：17 g/L。

6.4.2 钙离子鉴别

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。

6.4.3 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。

6.5 总磷含量的测定

6.5.1 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。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 盐酸。

6.5.2.2 喹钼柠酮溶液。

6.5.3 仪器

6.5.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

6.5.3.2 电热干燥箱:温度能控制在 180 °C±5 °C 或 250 °C±10 °C。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.2 mg,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。

6.5.4.2 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。

6.5.4.3 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,加水至总体积约 100 mL,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 °C±5 °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 °C±5 °C 或 250 °C±10 °C 恒重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 °C±5 °C 烘 45 min 或 250 °C±10 °C 烘 15 min,取出,置于干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.2 mg。

6.5.5 结果计算

总磷含量以磷 (P) 的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0140}{m \times 20/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

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_2 ——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);

0.0140——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大于 0.2%。

6.6 枸溶性磷含量的测定

6.6.1 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。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 柠檬酸。

6.6.2.2 无水乙醇。

6.6.2.3 氨水。

6.6.2.4 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 值至 7.0,用比重计测其相对密度为 1.09(20 °C),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)。

6.6.3 仪器

6.6.3.1 酸度计:分度值为 0.2,配有玻璃电极和饱和甘汞电极。

6.6.3.2 比重计。

6.6.4 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 柠檬酸铵溶液,将容量瓶置于 65 °C±2 °C 水浴中保温 1 h,时常打开瓶盖,每间隔 15 min 摇动一次,每次摇动 30 s,取出容量瓶后冷却至室温,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 6.5.4.3 进行测定并按 6.5.5 进行计算。

6.7 水溶性磷含量的测定

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.2 mg,置于瓷(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,按照 6.5.4.3 进行测定并按 6.5.5 进行计算。

6.8 钙含量的测定

6.8.1 方法提要

同 GB/T 6436—2002 中第 10 章。

6.8.2 试剂

同 GB/T 6436—2002 中第 11 章。

6.8.2.1 蔗糖溶液:25 g/L。

6.8.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:c(EDTA)约为 0.02 mol/L。

6.8.3 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,再过量滴加 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。

6.8.4 结果的计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{V \times c \times M}{m \times 25/250} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V 试验溶液所消耗的硫酸锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M 钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)(M=40.08);

m 试样的质量,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%。

6.9 氟含量的测定

6.9.1 方法提要

同 GB/T 13083—2002 第 2 章。

6.9.2 试剂

同 GB/T 13083—2002 第 3 章。

6.9.3 仪器

同 GB/T 13083—2002 第 4 章。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 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。

6.9.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A 和 25 mL 总离子缓冲溶液至 50 mL 容量瓶中,按 GB/T 13083—2002 第 7 章进行测定。

6.9.5 结果的计算

氟含量以氟(F)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{m \times 25/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的氟的质量,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 0.03%。

6.10 砷含量的测定

6.10.1 分光光度法(仲裁法)

6.10.1.1 方法提要

同 GB/T 13079—2006 中 5.1。

6.10.1.2 试剂

同 GB/T 13079—2006 中 5.2。

6.10.1.3 仪器

同 GB/T 13079—2006 中 5.3。

6.10.1.4 分析步骤

6.10.1.4.1 试验溶液 B 的制备

称取 1.00 g±0.01 g 样品,置于 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 盐酸溶液(1+4),加水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 B,用于砷含量和铅含量的测定。

6.10.1.4.2 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。

6.10.2 砷斑法

用移液管移取 10 mL 试验溶液 B,按 GB/T 610—2008 中 4.1.3 进行测定。

标准溶液是用移液管移取 3 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含有砷(As)1 μg],与试样同时同样处理。

6.11 铅含量的测定

6.11.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

用移液管移取 20 mL 试验溶液 B,按 GB/T 13080—2004 中第 7 章进行测定(扣除背景值)并计算。

6.11.2 双硫踪分光光度法

称取 2.00 g 试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 水和 10 mL 盐酸,加热溶解,冷却后用氨水中和至产生少量沉淀,用滤纸过滤,滤液和洗水置于 250 mL 容量瓶中,稀释到刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 试验溶液,按 GB/T 5009.75—2003 中第 6 章进行测定并计算。

6.12 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。

6.13 细度的测定

6.13.1 仪器、设备

试验筛(符合 GB/T 6003.1—1997):R40/3 系列 φ200 mm×50 mm×0.5 mm。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲 料 级 磷 酸 氢 钙
GB/T 22549—2008

*

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

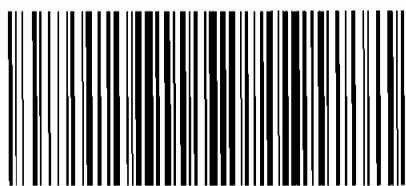
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2008年12月第一版 2008年12月第一次印刷

*

书号:155066·1-35316 定价 14.00 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



GB/T 22549—2008