



中华人民共和国国家标准

GB/T 22548—2008

饲料级 磷酸二氢钙

Feed grade—Monocalcium phosphate

2008-11-21 发布

2009-02-01 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

前 言

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、中国饲料工业协会、四川龙蟒磷制品股份有限公司。

本标准参加起草单位:四川川恒化工(集团)有限责任公司、云南新龙矿物质饲料有限公司。

本标准主要起草人:李光明、刘幽若、辛盛鹏、熊天清、杨斌。

饲料级 磷酸二氢钙

1 范围

本标准规定了饲料级磷酸二氢钙的要求、试验方法、检验规则、标志、标签以及包装、运输和贮存。
本标准适用于饲料级磷酸二氢钙。该产品在饲料加工中作为磷、钙的补充剂,主要用于水产饲料。

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 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法(ISO 6353-1:1982,NEQ)
 GB/T 5009.75—2003 食品添加剂中铅的测定
 GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310-1:1990)
 GB/T 6436—2002 饲料中钙的测定
 GB/T 6678 化工产品采样总则
 GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)
 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 13083 2002 饲料中氟的测定 离子选择性电极法
 HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液的制备
 HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备
 HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式、相对分子质量

- 3.1 分子式:Ca(H₂PO₄)₂·H₂O。
 3.2 相对分子质量:252.06(按2007年国际相对原子质量)。

4 要求

- 4.1 外观:白色或略带微黄色粉末或颗粒。
 4.2 饲料级磷酸二氢钙应符合表1要求。

表1 要求

项 目		指 标
总磷(P)含量/%	≥	22.0
水溶性磷(P)含量/%	≥	20.0
钙(Ca)含量/%	≥	13.0
氟(F)含量/%	≤	0.18
砷(As)含量/%	≤	0.003

表 1 (续)

项 目	指 标
重金属(以 Pb 计)含量/%	≤ 0.003
铅(Pb)含量/%	≤ 0.003
游离水分含量/%	≤ 4.0
pH 值(2.4 g/L 溶液)	≥ 3
细度(通过 0.5 mm 试验筛)/%	≥ 95
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 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。

5.2 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。

5.3 外观

在充足的自然光下, 以目视法判别样品的外观。

5.4 鉴别

5.4.1 试剂

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, 计算含量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 盐酸。

5.5.2.2 喹钼柠酮溶液。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 玻璃砂坩埚: 滤板孔径为 5 μm~15 μm。

5.5.3.2 电热干燥箱:温度能控制在 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.8 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,用于总磷含量、钙含量和氟含量的测定。

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 $75\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,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 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $180\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 45 min 或 $250\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 15 min,取出,置于干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.2 mg。

5.5.5 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%。

5.6 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 5.5.4.3 测定并按 5.5.5 计算。

5.7 钙含量的测定

5.7.1 方法提要

同 GB/T 6436—2002 中第 10 章。

5.7.2 试剂

同 GB/T 6436—2002 中第 11 章。

5.7.2.1 蔗糖溶液:25 g/L。

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

5.7.3 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 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。

5.7.4 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:

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

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%。

5.8 氟含量的测定

5.8.1 方法提要

同 GB/T 13083—2002 第 2 章。

5.8.2 试剂

同 GB/T 13083 2002 第 3 章。

5.8.3 仪器

同 GB/T 13083—2002 第 4 章。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 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。

5.8.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液和 25 mL 总离子缓冲溶液至 50 mL 容量瓶中,按 GB/T 13083—2002 第 5 章进行测定。

5.8.5 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%。

5.9 砷含量的测定

5.9.1 分光光度法(仲裁法)

5.9.1.1 方法提要

同 GB/T 13079—2006 中 5.1。

5.9.1.2 试剂

同 GB/T 13079—2006 中 5.2。

5.9.1.3 仪器

同 GB/T 13079—2006 中 5.3。

5.9.1.4 分析步骤

5.9.1.4.1 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。

5.9.1.4.2 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。

5.9.2 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。

5.10 重金属含量的测定

5.10.1 方法提要

在微酸性介质中,重金属离子与硫化氢反应,溶液呈棕黄色,与同时同样操作的标准溶液进行比较,测定其铅含量。

5.10.2 试剂

5.10.2.1 抗坏血酸。

5.10.2.2 盐酸溶液:1+4。

5.10.2.3 冰乙酸溶液:1+16。

5.10.2.4 饱和硫化氢水溶液:使用时配制。

5.10.2.5 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.01 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.10.3 分析步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样,置于 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸溶液,4 mL 冰乙酸溶液及 1 g 抗坏血酸,加水至刻度,摇匀。干过滤,弃去初始滤液,取 25 mL 滤液置于 50 mL 比色管中,加 10 mL 饱和硫化氢水溶液,于暗处放置 10 min,其颜色不得深于标准比色液。

标准比色溶液是移取 1.5 mL 铅标准溶液,置于 50 mL 比色管中,加 2 mL 冰乙酸溶液和 0.5 g 抗坏血酸,加 10 mL 饱和硫化氢水溶液,于暗处放置 10 min。

5.11 铅含量的测定

5.11.1 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。

5.11.2 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,稀释至刻度,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。

5.12 游离水分含量的测定

5.12.1 仪器

5.12.1.1 称量瓶:φ30 mm×20 mm。

5.12.1.2 电烘箱:温度能控制在 50℃±2℃。

5.12.2 分析步骤

称取约 2.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于已在 50℃±2℃干燥至恒重的称量瓶中,将称量瓶放入 50℃±2℃电烘箱中干燥 3 h,于干燥器中冷却 20 min,称量。

5.12.3 结果计算

水分含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和称量瓶的质量,单位为克(g);

m ——试料质量,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%。

5.13 pH 值测定

称取 0.24 g±0.01 g 试样,置于 150 mL 烧杯中,加 100 mL 水溶解。用已经校正好的酸度计对试验溶液进行测定。

5.14 细度的测定

5.14.1 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。

5.14.2 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。

5.14.3 结果计算

细度以质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_1 ——筛下物试料的质量,单位为克(g);

m ——试料质量,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 检验规则

6.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料,在基本相同的生产条件下,连续生产或同一班组生产的饲料级磷酸二氢钙为一批,每批产品不得超过 60 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装袋斜上方插入料层深度 3/4 处采样。将所采的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 200 g。分装于两个清洁、干燥的塑料袋或具有磨口塞的玻璃瓶中,密封。粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验,另一份保存备查,保存时间由生产企业根据实际需要确定。

6.4 饲料级磷酸二氢钙应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

6.5 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

7 标志、标签

7.1 包装袋上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、“饲料级”字样、净含量、批号或生产日期、生产许可证号、产品批准文号和本标准编号。

7.2 每批出厂的产品应附有标签。标签的内容符合 GB 10648 的规定。

8 包装、运输和贮存

8.1 饲料级磷酸二氢钙采用双层包装,内包装为塑料薄膜袋,外包装为塑料编织袋。内袋用绳子扎紧或热合封口,外袋用缝包机封口。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。用户有特殊要求时,供需双方协商。

8.2 饲料级磷酸二氢钙在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,日晒。不得与有毒有害物品混运。

8.3 饲料级磷酸二氢钙在贮存过程中,防止雨淋,日晒。不得与有毒物品和腐蚀物品混存。

8.4 饲料级磷酸二氢钙在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,自生产之日起保质期为 24 个月。逾期应重新检验是否符合本标准要求,经检验合格后重新使用。

