

中华人民共和国国家标准

饲料添加剂 第3部分：矿物元素及其络
(螯)合物 磷酸三钙

编制说明

四川省饲料工作总站、贵州省饲料监察所

2024年12月

中华人民共和国国家标准

饲料添加剂 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 磷酸三钙

编制说明

一、任务来源及标准修订背景

（一）任务来源

按照国家标准化管理委员会 2024 年下达的任务要求，由四川省饲料工作总站和贵州省饲料监察所负责完成国家标准 GB 34457-2017《饲料添加剂 磷酸三钙》的修订工作。

项目名称：饲料添加剂 第 3 部分：矿物元素及其络（螯）合物 磷酸三钙。

标准性质：强制性国家标准。

项目编号：20241034-Q-326。

标准修订单位：四川省饲料工作总站、贵州省饲料监察所。

标准技术归口单位：中华人民共和国农业农村部。

（二）标准修订背景

饲料级磷酸盐是一类重要的矿物质添加剂，饲料级磷酸钙盐的主要品种有磷酸氢钙(DCP)、磷酸一二钙(MDCP)、磷酸二氢钙(MCP)、磷酸三钙(TCP)和磷酸钠、钾、铵盐。钙和磷是动物生长所必需的矿物元素，饲料级磷酸三钙(TCP)虽不及磷酸氢钙(DCP)和磷酸二氢钙(MCP)的使用量大，但也是广泛使用的饲料添加剂之一，在饲料加工中作为磷、钙的补充剂，是一种性能优良的饲料添加剂，产品经国内外饲效验证，具有良好的饲喂效果，其生物效价与饲料级磷

酸氢钙大致相当。饲料添加剂磷酸三钙在家禽饲料和反刍动物中的应用较为广泛，需求量逐年提高。强制性国家标准 GB 34457-2017《饲料添加剂 磷酸三钙》自 2018 年 5 月 1 日实施以来已超过 5 年时间，在饲料生产、畜牧养殖中起着不可或缺的作用，能够较好地指导饲料行业的生产、经营等。

《强制性国家标准管理办法》第四十五条要求组织起草部门应当根据反馈和评估情况，对强制性国家标准进行复审，复审周期一般不超过五年，2023 年 8 月，农业农村部委托全国饲料工业标准化技术委员会对 GB 34457-2017《饲料添加剂 磷酸三钙》进行了标准复审，对标准的适用性、规范性、时效性和协调性等内容进行全面评估和审查，并提出了建议修订的复审结论。根据 GB 7300《饲料添加剂》的分类要求，磷酸三钙归类于第 3 部分：矿物元素及其络（螯）合物，因此标准名称修改为：饲料添加剂 第 3 部分：矿物元素及其络（螯）合物 磷酸三钙。

2024 年 5 月，国家标准化管理委员会正式下达标准修订任务。

（三）主要工作过程

1. 成立标准起草小组

计划任务下达后，四川省饲料工作总站和贵州省饲料监察所高度重视，组织单位技术骨干成立标准起草小组，细化工作内容，对标准起草工作进行分工，明确任务职责（见表 1），确保项目顺利实施。

表 1 标准主要起草人员和任务分工

姓名	任务分工
李云	项目主持人，负责项目的全面工作。

赵 贵	协助调研和收集全国样品。
张 静	组织项目工作和制定实施方案，负责收集文献资料和参与调研，共同确定技术参数及标准编制说明的撰写与修改。
章厉劫	调研和收集全国样品，参与技术指标参数的确定。
赵立军	组织收集标准草案的意见和对意见的分析汇总处理。
程传民	协助文献资料的收集和调研，及标准草案的意见收集。
陈 飞	对收集的样品进行实验室分析。
丁小乔	对收集的样品进行实验室分析。
卞正容	对收集的样品进行实验室分析。
王 莹	对收集的样品进行实验室分析。
黄 鑫	对收集的样品进行实验室分析。
王庆红	对收集的样品进行实验室分析。
廖 欢	对收集的样品进行实验室分析。
李 晨	对收集的样品进行实验室分析。

2. 查询国内外相关标准和文献资料

2024年6月-7月，查阅了国内外有关标准和参考文献等技术资料，选取具有代表性的参考资料作为标准起草中的主要技术参考文本。

3. 调研国内饲料级磷酸三钙生产工艺情况和使用情况，采集有代表性样品

2024年8-10月，对国内贵州、河北、江苏、湖北、山东、河南等地的12家主要生产企业进行调研，了解饲料级磷酸三钙生产工艺

和使用情况，前后共采集有代表性样品共 24 份。

4.进行论证实验，确定标准主要技术指标的合理性

2024 年 10-11 月，针对所采集的样品进行各项技术指标和卫生指标测定，确定指标内容和范围。

5.编写标准征求意见稿

2024 年 12 月，根据收集和查阅的相关资料文献以及实验测定结果，最终形成标准征求意见稿，编写标准文本内容和编制说明。

6.定向征求专家意见

2025 年 1 月，前后向生产企业、使用企业、科研院所、饲料质量安全检测机构等发送“征求意见稿”24 份，收到回函 20 份，合并相同意见后共计 99 条，采纳 74 条，部分采纳或未采纳 25 条。在此基础上修改征求意见稿，形成标准预审稿。

（四）产品基本概况

1.磷酸三钙理化性质

磷酸三钙，是一种无机化合物，化学式为 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ ，分子量 310.177，为白色晶体或无定形粉末，微溶于水，易溶于稀盐酸和硝酸，不溶于乙醇、丙酮和乙醚。

2.国内生产情况

经调研，目前国内取得饲料生产许可的饲料添加剂磷酸三钙企业共 12 家，主要分布在贵州、河北、江苏、湖北、山东、河南等地，年总产量约 12 万吨。经实地调研、电话交流等方式，了解到各生产

企业基本情况见表 2。

表 2 生产企业基本情况

序号	证书编号	企业名称	生产情况	年产量 (万吨)
1	黔饲添 (2022)T04010	贵州瓮福化学公司	生产	5
2	鄂饲添 (2023)T04007	湖北兴发化工集团股份有限公司	生产	1
3	豫饲添 (2022)T04085	河南郑州瑞普生物工程有限公司宝丰分公司	停产	/
4	冀饲添 (2022)T03002	河北张家口迈威饲料开发有限公司	生产	1
5	冀饲添 (2021)T01021	河北石家庄瑞亿饲料有限公司	生产	0.5
6	冀饲添 (2021)T07030	河北天成药业股份有限公司 沧州渤海分公司	停产	/
7	苏饲添 (2021)T05003	江苏索尔维-恒昌（张家港） 精细化工有限公司	生产	1.3
8	苏饲添 (2023)T07011	江苏连云港树人科创食品添 加剂有限公司	停产	/
9	苏饲添 (2020)T07013	江苏天富科技有限公司	生产	0.14
10	冀饲添 (2023)T07023	河北宇威生物科技有限公司	生产	2.5
11	鲁饲添 (2022)T07449	山东诸城市浩天药业有限公司	停产	/
12	鄂饲添 (2023)T04001	湖北吉星化工集团有限责任 公司	生产	1.2

3.生产工艺

3.1 高温烧结法

高温烧结法是将磷矿粉、纯碱和磷酸按一定比例混合造粒，在 1450℃左右高温烧结脱氟生产。由于整个烧结过程中，对其带入的重金属等有害杂质无法去除，因此磷矿与其它原料带入的有害杂质总量必须得到控制。目前采用高温烧结法生产的企业主要有贵州瓮福化学

有限公司、河北迈威饲料开发有限公司、河北石家庄瑞亿饲料有限公司，年产量全国占比 51%。

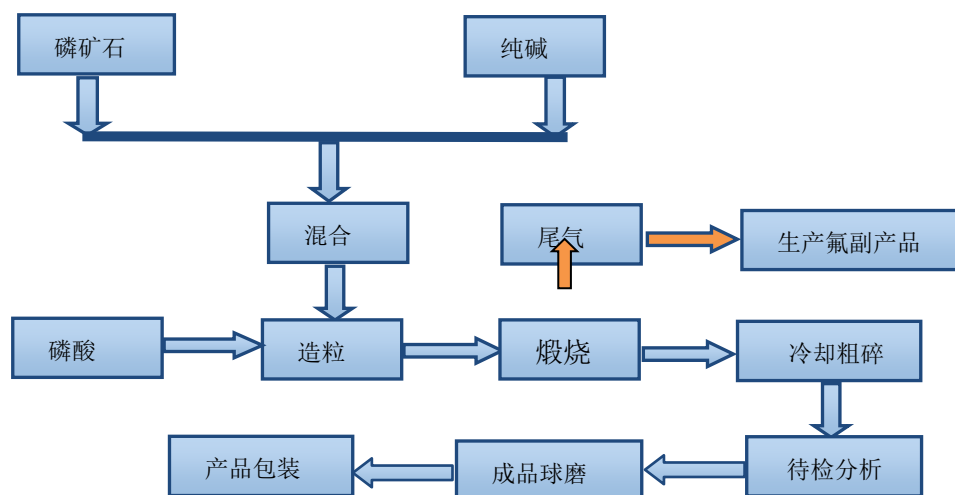


图 1 高温烧结法生产工艺图

3.2 化学沉淀法

由于高温烧结法生产饲料级磷酸三钙要求磷矿品质高，技术难度较大。为了降低生产成本，部分厂家自行研制以化学沉淀法生产饲料级磷酸三钙，该工艺是以碳酸钙、氢氧化钙和磷酸为原料，经中和结晶、离心、干燥、粉碎、包装所得产品。目前采用化学沉淀法生产的企业主要是江苏天富科技有限公司，年产量全国占比约 1%。

3.3 植酸钙水解法

植物原料如玉米、米糠等经过酸提、中和反应生产植酸钙，植酸钙经高温水解后加氢氧化钙中和，产生肌醇和磷酸三钙，肌醇留在溶液中，磷酸三钙则形成沉淀，过滤后经煅烧、冷却后粉碎、过筛、包装制成磷酸三钙成品，其磷来自于植物中的植酸，不仅节约了国家的磷矿资源，而且充分利用了植物原料，其中氟、重金属等杂质含量很

低。目前采用植酸钙水解法生产的企业主要是河北宇威生物科技有限公司，年产量全国占比约 20%。

3.4 次磷酸钠渣煅烧法

工业生产次磷酸钠的主要副产物次磷酸钠渣，其主要成分为亚磷酸钙和磷化氢，经高温（600℃）煅烧发生化学反应生成磷酸三钙，经冷却、破碎、除铁、粉碎、过筛、包装制成成品。此法使需要堆存或深埋处理的次磷酸钠废渣转变为具有较高市场价值的饲料级磷酸三钙，避免了含磷废渣造成的环境污染。目前采用次磷酸钠渣煅烧法生产的企业主要是湖北兴发化工集团股份有限公司、湖北吉星化工集团有限公司、江苏索尔维-恒昌精细化工有限公司，年产量全国占比约 28%。

4. 样品采集

共采集贵州、河北、江苏、湖北、山东、河南有代表性的样品 24 份，对所采集样品进行实验室分析，每个样品测定 2 个平行。样品采集表见表 3。

表 3 样品采集表

序号	生产企业	工艺	批号
1	贵州瓮福化学有限公司	高温烧结法	20231215
2			20240207
3			20240602
4	河北宇威生物科技有限公司	植酸钙水解法	20240823
5			20240824
6			20240825
7	河北迈威饲料开发有限公司	高温烧结法	20230315
8			20230820
9			20240512
10	河北石家庄瑞亿饲料有限公司	高温烧结法	20240819
11			20240820

12			20240821
13	湖北兴发化工集团股份有限公司	次磷酸钠渣煅烧法	059240726C
14			061240804C
15			064240813C
16	湖北吉星化工集团有限公司	次磷酸钠渣煅烧法	060240731A
17			063240811A
18			065240818A
19	江苏天富科技有限公司	化学沉淀法	430723452
20			430728452
21			430729452
22	江苏索尔维-恒昌精细化工有限公司	次磷酸钠渣煅烧法	HC24H0903T
23			HC24H1003T
24			HC24H1104T

5. 国内外饲料添加剂磷酸三钙相关标准

收集国内外已有标准与本标准指标参数对比见表 4。

表 4 国内外饲料添加剂磷酸三钙标准

项目	俄罗斯 TOCT23990-80 《饲料级磷酸钙》		中国食品安全国家标准《食品添加剂 磷酸三钙》 GB1886.332-2021	日本小野田化学工业株式会社企业标准	美国饲料管理协会（AAFCO） 《饲料成分定义指南》	欧盟（EU）标准	本标准拟定量
	特级品	一级品					
总磷(P)/% ≥	18 ^a	12 ^a	—	18.0	须规定最小值	18	18.0
钙(Ca)/% ≥	34 ^a	30 ^a	34.0~40.0	30.5	须规定最小值	30	30.0
游离水(H ₂ O)/ % ≤	1	1	—	—	—	—	1.0
灼烧减量/% ≤	—	—	10.0%	—	—	—	—
氟(F) mg/kg ≤	2000	2000	75.0	1800	不超过磷含量的 1%	2000	1800
砷(As) mg/kg ≤	2	10	3.0	12	—	2	10
铅(Pb) mg/kg ≤	20	20	2.0	20	—	15	20

铬 (Cr) mg/kg ≤	—	—	—	—	—	—	30
镉(Cd) mg/kg ≤	—	—	—	30	—	40	—
汞 (Hg) mg/kg ≤	—	—	—	—	—	10	—
重金属 (以 Pb 计) mg/kg ≤	—	—	10.0	—	—	—	—
钠 (Na) % ≥	—	—	—	4	—	—	—
细度/% ≥	≤1.0 ^b	≤1.0 ^b	—	—	—	p 级: 98(≤1mm) G 级: 100 (≤1.4mm)、85 (1.4-1.0mm)	95.0
酸不溶物/% ≤	10	25	—	—	—	—	10.0
硫酸盐/% ≤	—	—	—	—	—	—	5.0

注：上标 a 代表溶于 0.4% 盐酸的 P 和 Ga；上标 b 代表过 1mm 试验筛筛余物；本标准的细度是指过 0.50mm 试验筛筛下物含量。

二、标准编制原则、主要内容和确定依据

（一）编制原则和主要内容

编制过程中遵循国家颁布的相关法律法规,重点突出对直接影响饲料级磷酸三钙产品质量水平和安全指标的控制,适应我国饲料添加剂强制性国家标准的要求,有利于规范饲料添加剂生产企业生产,促进饲料行业可持续发展。本标准以保证饲料级磷酸三钙产品良好的品质为目标,既适应当前饲料企业生产状况,又保持标准的技术先进性、通用性、科学性和可操作性。

本标准在制定过程中严格遵循 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.10-2014《标准编写规则 第10部分:产品标准》的要求进行编写。

标准主要内容上涵盖了范围、规范性引用文件、术语与定义、化学名称、分子式和相对分子质量、技术要求、采样、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

（二）修订内容的说明

本次修订除按照 GB/T 1.1-2020 和 GB/T 20001.10-2014 对标准进行结构调整和编辑性改动外,更改了“名称”、“范围”、“外观与性状”、“干燥失重”、“氟”和“铅”的技术指标、“氟”和“总砷”的试验方法,修订后标准与原标准对比详见表 5。

表 5 修订前后标准的对比

序号	对比条目	原标准	修订后	修订说明
1	标准名称	饲料添加剂 磷酸三钙	饲料添加剂 第 3 部分：矿物元素及其络（螯）合物 磷酸三钙	根据 GB 7300《饲料添加剂》的统一分类要求。
2	范围	适用于高温烧结法、化学沉淀法、植酸钙水解法。	适用于高温烧结法、化学沉淀法、植酸钙水解法、次磷酸钠渣煅烧法。	增加了次磷酸钠渣煅烧法工艺。
3	外观与性状	色泽一致，粉末状，无臭无味，难溶于水，可溶于稀盐酸或稀硝酸。	产品应为白色、灰白色或棕色粉末或颗粒。	对颜色做了具体表述，删除了溶解性。
4	技术指标	干燥减量	干燥失重	名称与 GB 7300《饲料添加剂》第 3 部分：矿物元素及其络（螯）合物标准保持一致。
		氟 ≤ 200 mg/kg	氟 ≤ 1800 mg/kg	综合参考国内外标准、同类产品标准限量和实际检测结果修订。
		铅 ≤ 30 mg/kg	铅 ≤ 20 mg/kg	依据实际检测结果修订。
5	试验方法	氟 称取试料 0.5 g~1 g（精确至 0.0001 g），置于 100 mL 容量瓶中，加 1 mol/L 盐酸溶液溶解并定容至刻度，混匀，干过滤（弃去前 20 mL 滤液），收集滤液。取 25 mL 滤液至 50 mL 容量瓶中，其余步骤按 GB/T 13083-2002 测定。	按 GB/T 13083 的规定执行。	GB/T 13083-2002 已修订为 GB/T 13083-2018《饲料中氟的测定 离子选择电极法》，适用于磷酸盐中氟的测定，可直接引用。
		总砷 按 GB/T 13079-2006 中 5 测定。	按 GB/T 13079 的规定执行。	原标准已被 GB/T 13079—2022 代替，修订后直接引用 GB/T 13079《饲料中总砷的测定》

(三) 主要技术指标和确定依据

1.主要技术指标

在充分了解饲料添加剂磷酸三钙生产工艺基础上,分析可能影响产品质量安全的关键环节。在符合中华人民共和国饲料卫生标准 GB 13078 前提下,本标准制定过程中参考了俄罗斯 TOCT23990-80《饲料级磷酸钙》、中国食品安全国家标准 GB25558-2010《食品添加剂 磷酸三钙》、美国饲料管理协会(AAFCO)《饲料成分定义指南》、欧盟(EU)标准、日本小野田化学工业株式会社企业标准等国内外先进标准,综合考虑各生产厂家、用户及检测部门的意见和建议,结合实际检测数据、生产工艺、现行饲料添加剂管理及使用相关规定(农业农村部第 2625 号公告《饲料添加剂安全使用规范》),结合其在饲料中的推荐添加量来对本标准关键技术指标进行确立。主要技术指标见表 6。

表 6 技术指标

项 目	指 标
钙 (Ca) /%	≥30.0
总磷 (P) /%	≥18.0
干燥失重/%	≤1.0
氟 (F) /(mg/kg)	≤1800
总砷/(mg/kg)	≤10
铅 (Pb) /(mg/kg)	≤20
铬 (Cr) /(mg/kg)	≤30
细度 (过 0.50mm 试验筛) /%	≥95.0
酸不溶物/%	≤10.0
硫酸盐 (以 SO ₄ ²⁻ 计) /%	≤5.0

2.技术指标的确定

2.1 外观和性状

取约10g试样置于清洁干燥的白瓷盘中，在自然光下观察其色泽和形态。24批产品均为白色、灰白色或棕色粉末或颗粒。

2.2 鉴别

2.2.1 钙离子的鉴别

称取试样0.1 g，加5mL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。再加入盐酸溶液，沉淀溶解。24批产品均符合要求。

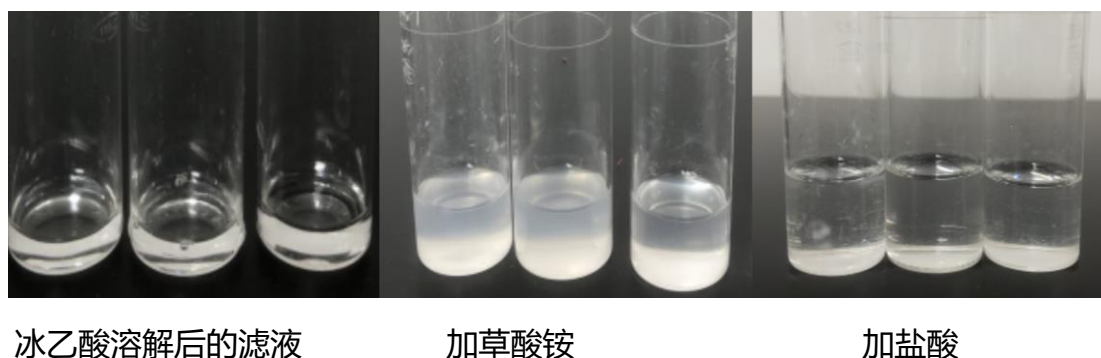


图 2 钙离子鉴别

2.2.2 磷酸根的鉴别

称取试样0.1 g，溶于10 mL水中，加1mL硝酸银溶液，生成黄色沉淀，再加入过量氨水溶液或硝酸溶液，黄色沉淀溶解。若加入冰乙酸，黄色沉淀不溶解。24批产品均符合要求。

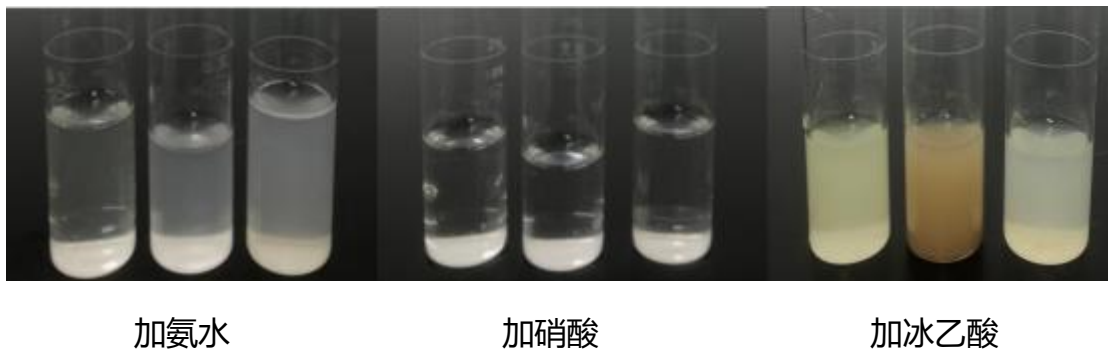
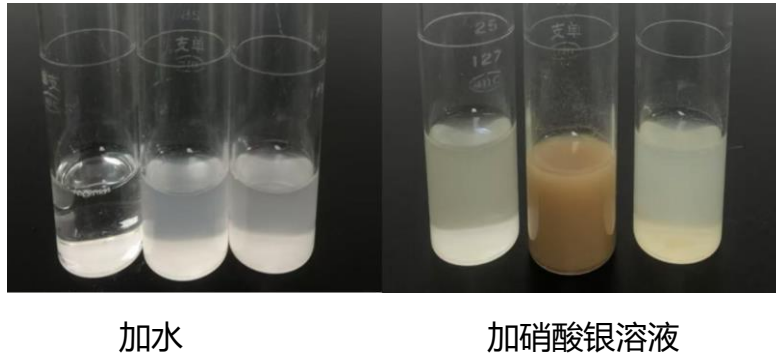


图 3 磷酸根的鉴别

2.3 钙

2.3.1 指标确定依据

作为促进动物生长的钙来源，钙含量是反应磷酸三钙质量好坏的重要指标之一，国内外标准均将钙作为评价饲料添加剂磷酸三钙质量的重要理化指标。本标准继续将钙含量纳入理化指标。

2.3.2 测定方法

由于磷酸三钙可溶于盐酸，在溶液制备过程中不需要进行灰化和碳化，可直接用盐酸溶解后测定。原标准测定部分是按照GB/T 6436-2002《饲料中钙的测定》中乙二胺四乙酸二钠络合滴定法(EDTA法)进行，因GB/T 6436-2002标准已修订为GB/T 6436-2018《饲料中钙的测定》，但测定方法并无改变，为方便标准使用，修订后将原理、

试剂或耗材、试验步骤、试验数据处理、精密度内容在标准中补充完善。

试验方法主要过程为试样经酸化后高温煮沸，钙变成溶于水的离子，用三乙醇胺、乙二胺、盐酸羟胺和淀粉溶液消除干扰离子的影响，在碱性溶液中以钙黄绿素为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液络合滴定钙，可快速测定钙的含量。

2.3.3 测定结果和拟定值

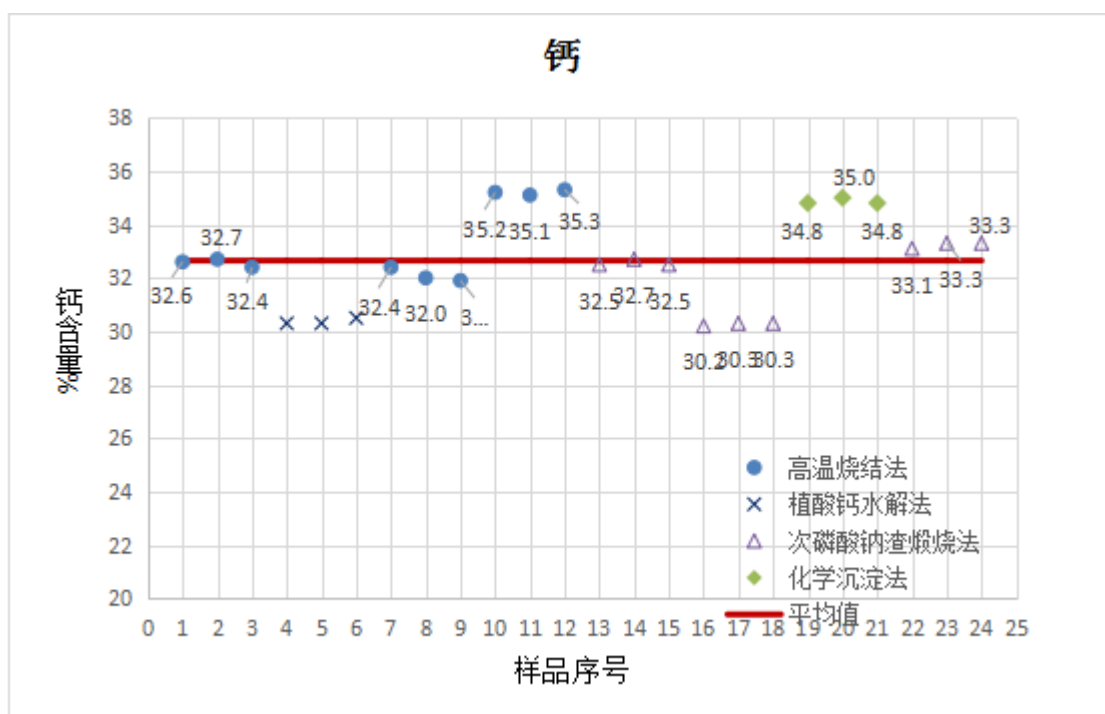


图 4 钙含量测定结果

根据采样检测结果的分析（附表1）可知，24批样品钙含量最大值35.3%，最小值30.2%，平均值32.6%，24份样品（100%）钙含量在30.0%以上。参考国内外饲料添加剂磷酸三钙标准（表4）和实际检测结果，本标准将钙含量拟定为 $\geq 30.0\%$ ，维持原标准不变。

2.4 总磷

2.4.1 指标确定依据

作为促进动物生长的磷来源，总磷含量是反应磷酸三钙质量好坏的重要指标之一，国内外标准均将总磷作为评价饲料添加剂磷酸三钙质量的重要理化指标。本标准继续将总磷纳入理化指标。

2.4.2 测定方法

原标准采用经典的磷钼酸喹啉沉淀重量法测定，该法也是磷酸钙盐通用的总磷检测方法。方法原理为在酸性介质中，以喹钼柠酮为沉淀剂将试样溶液中的磷酸根全部形成磷钼酸喹啉沉淀，沉淀经过滤、烘干、称量，计算总磷含量。本标准继续采用原标准方法。

2.4.3 测定结果和拟定值

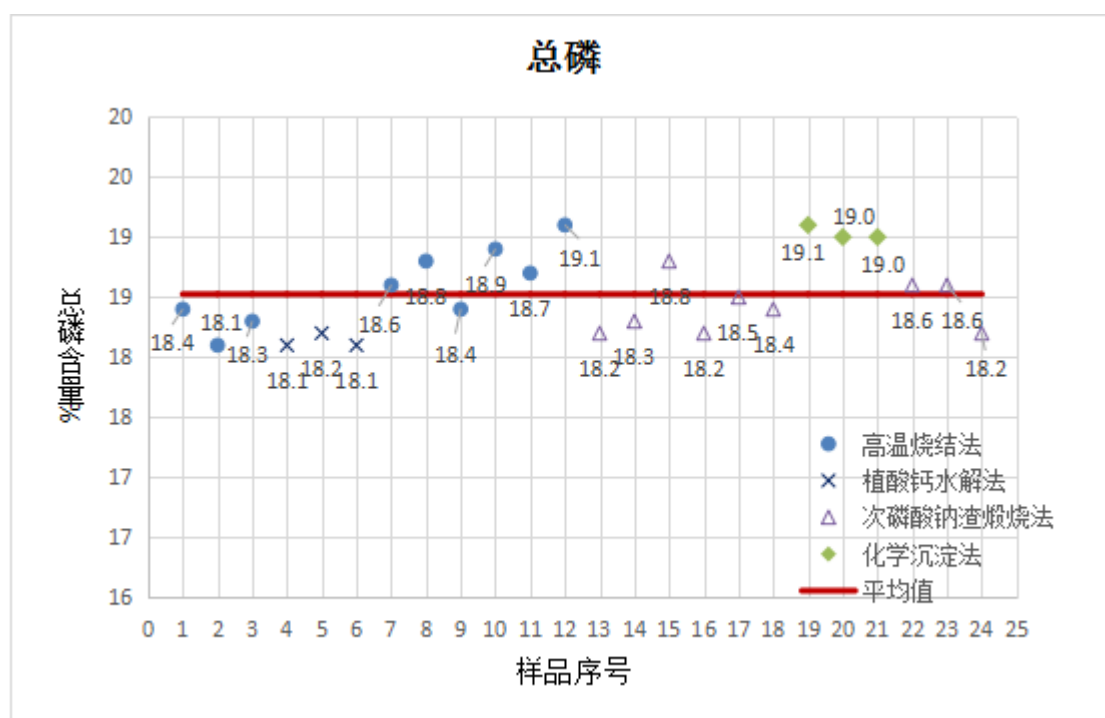


图 5 总磷含量测定结果

根据采样检测结果的分析（附表1）可知，24批样品中总磷含量最大值19.1%，最小值18.1%，24份样品（100%）总磷含量在18.0%以上，参考国内外饲料添加剂磷酸三钙标准（表4）和实际检测结果，本标准将总磷含量拟定为 $\geq 18.0\%$ ，维持原标准不变。

2.5 干燥失重

2.5.1 指标确定依据

水分含量过高，不利于产品的贮存、运输，同时会降低其在饲料配制过程中的分散度。原标准规定的指标为“干燥减量”，干燥减量（失重）主要包括水分及其他挥发性物质的总量。本标准与同类矿物元素及其络（螯）合物饲料添加剂标准保持一致，将干燥减量修改为干燥失重纳入理化指标。

2.5.2 测定方法

原标准按照GB/T 6435《饲料中水分的测定》进行测定，本标准按GB/T 6435—2014中8.1的规定测定和计算，结果以干燥失重表示。

2.5.3 测定结果和拟定值

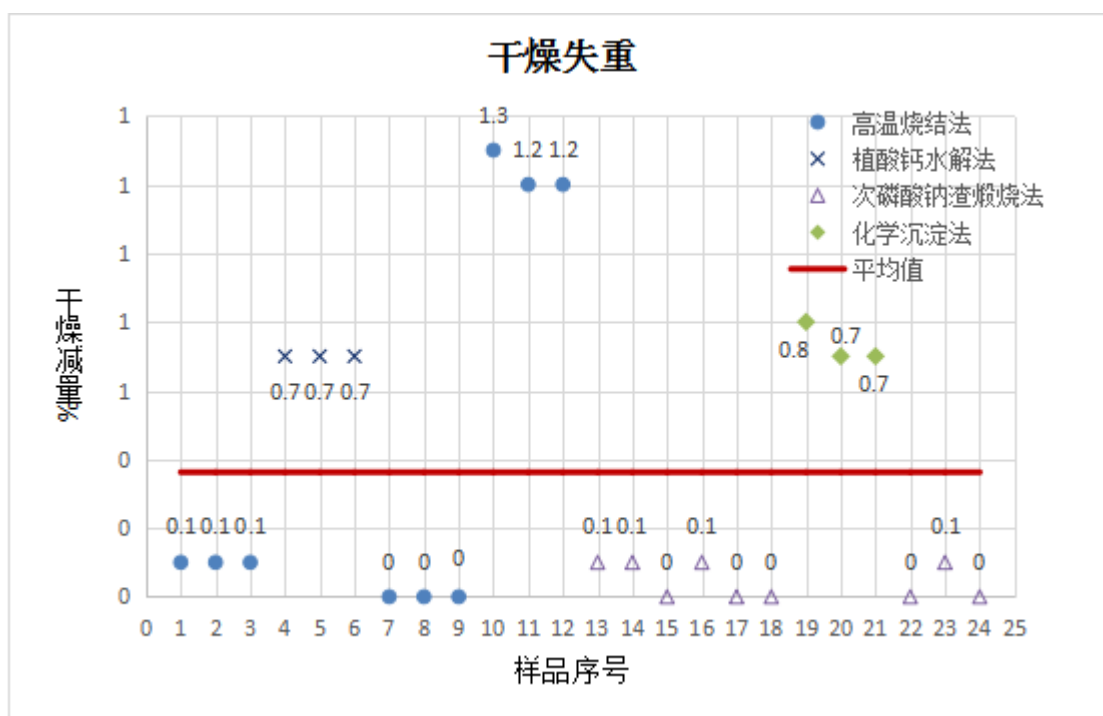


图 6 干燥失重测定结果

根据采样检测结果的分析（附表1）可知，24批样品中干燥失重

最大值1.3%，最小值0%，平均值0.4%。24批样品21批（87.5%）干燥失重在1.0%以内，参考国内外饲料添加剂磷酸三钙标准（表4）和实际检测结果，本标准将干燥失重拟定为 $\leq 1.0\%$ ，维持原标准不变。

2.6 氟、总砷、铅

2.6.1 指标确定依据

国内外饲料级磷酸三钙标准（表4）中都规定了磷酸盐中氟、砷、铅均为限量指标。氟、砷和铅主要来自磷矿、磷酸等原料，只有严格的生产工艺才能保证产品的安全，产品中氟、砷、铅含量过高，会影响畜禽产品安全，危害人类健康。因此本次标准继续将其纳入指标体系。

2.6.2 测定方法

2.6.2.1 氟

原标准氟基本参照国家标准GB/T 13083-2002《饲料中氟的测定 离子选择电极法》测定，目前GB/T 13083-2002已修订为GB/T 13083-2018《饲料中氟的测定 离子选择电极法》，适用于磷酸盐中氟的测定，因此本标准直接按照GB/T 13083的规定执行。

2.6.2.2 总砷

原标准总砷按照国家标准GB/T13079-2006《饲料中总砷的测定》第5章中“银盐法”测定，目前GB/T13079-2006已修订为GB/T13079-2022《饲料中总砷的测定》，方法包括银盐法（仲裁法）、氢化物发生-原子荧光光谱法、电感耦合等离子体质谱法，适用范围包括饲料添加剂中总砷的测定，因此本标准直接按照GB/T 13079的规

定执行。

2.6.2.3 铅

原标准铅是按照GB/T 13080-2004《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》测定，该标准已修订为GB/T 13080-2018《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》本次修行按照该标准最新版本执行。

2.6.3 测定结果和拟定值

2.6.3.1 氟

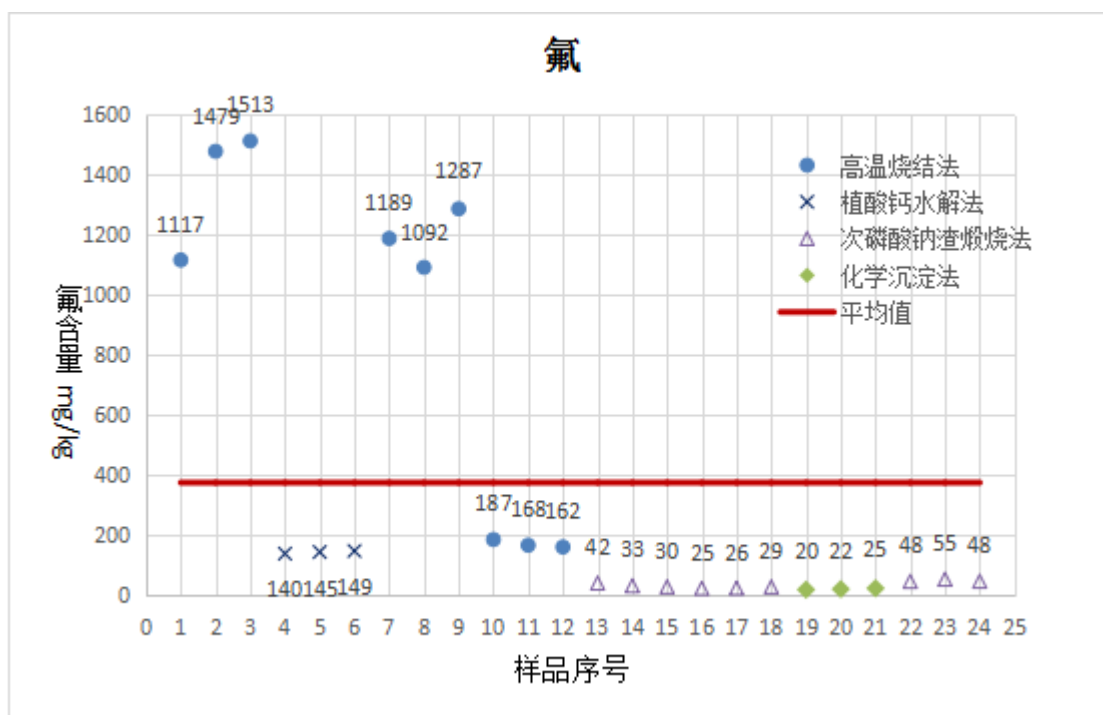


图7 氟含量测定结果

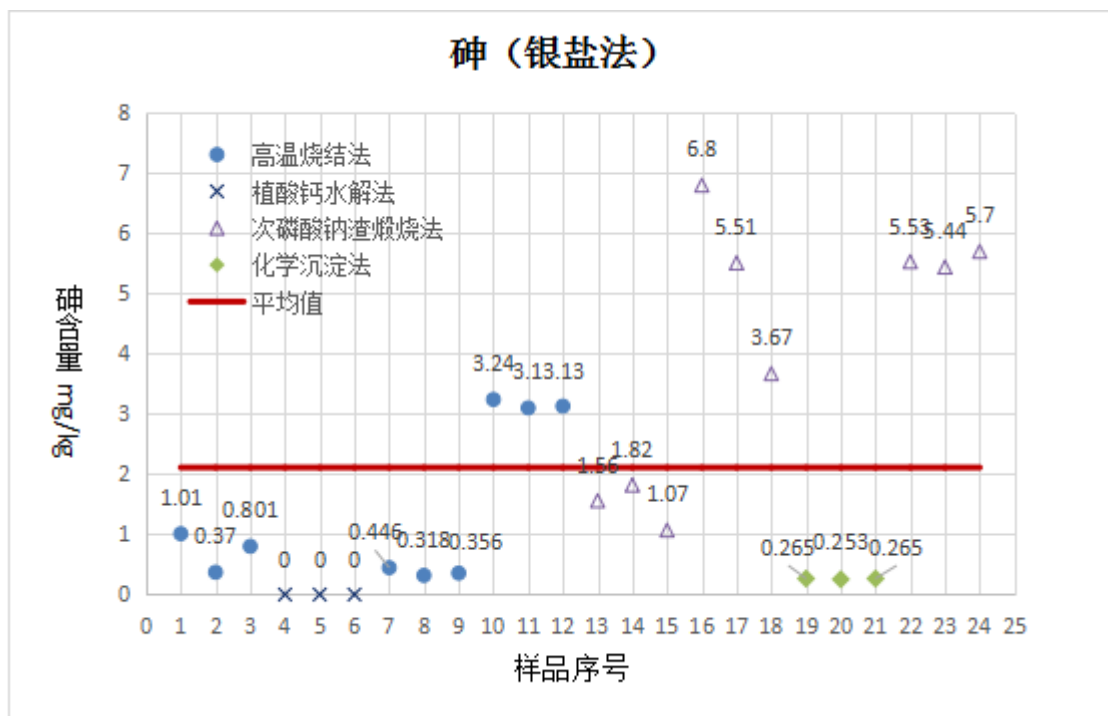
根据采样检测结果的分析（附表1）可知，24批样品中氟含量最大值1513 mg/kg，最小值20 mg/kg，24批样品氟含量差异较大，主要跟原料和生产工艺差异有关，贵州瓮福、河北迈威采用高温烧结法工艺生产磷酸三钙产品氟含量均在1000 mg/kg以上，无法达到原标准 ≤ 200 mg/kg的要求。原标准制定采样时，贵州瓮福、河北迈威两家企

业产品还未取得饲料添加剂生产许可证, 因此未纳入标准制定样品检测。

欧盟、俄罗斯标准和美国饲料管理协会对磷酸三钙产品的氟含量限量要求为 $\leq 1800-2000$ mg/kg, 而我国同类磷酸钙盐产品磷酸氢钙GB 22549-2017和磷酸二氢钙GB 22548-2017标准对氟的限量要求为 ≤ 1800 mg/kg。

综合参考国内外饲料添加剂磷酸三钙标准 (表4)、同类产品标准限量和实际检测结果, 本标准将氟含量修订为 ≤ 1800 mg/kg。

2.6.3.2 总砷



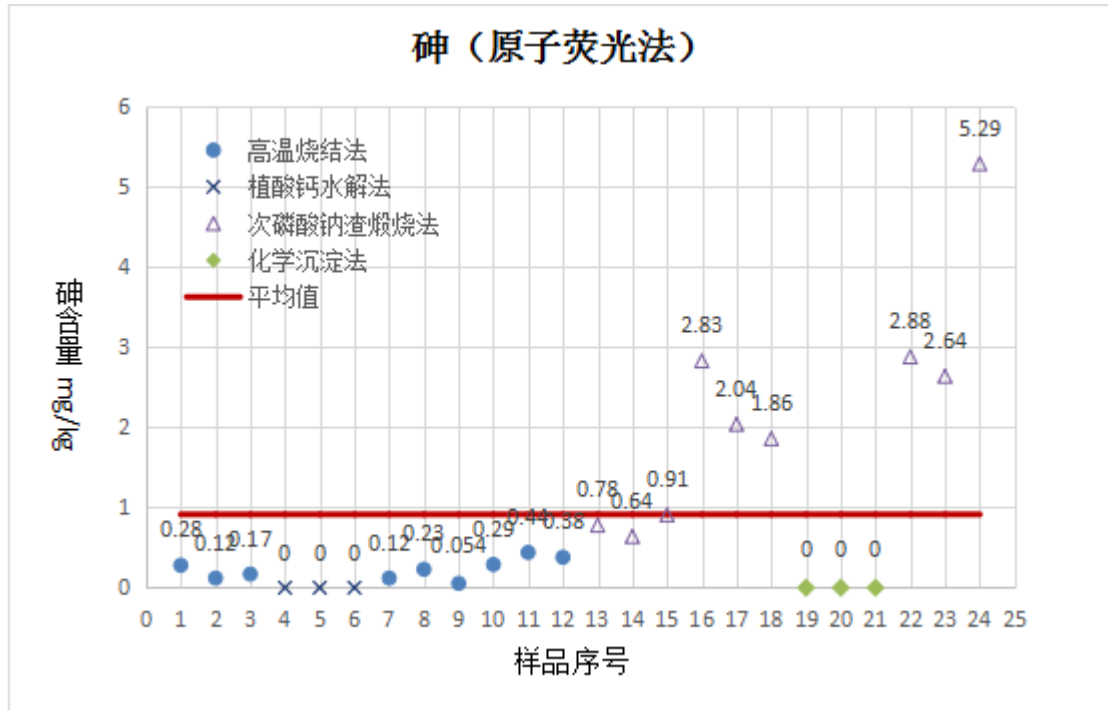


图 8 总砷含量测定结果

根据采样检测结果的分析（附表1）可知，24批样品采用银盐法和原子荧光法测定总砷含量，银盐法比原子荧光法结果偏高。银盐法总砷含量最大值6.8mg/kg，最小值0mg/kg，平均值2.11mg/kg；原子荧光法最大值5.29mg/kg，最小值0mg/kg，平均值0.91mg/kg。24批（100%）样品总砷含量均达到原标准 $\leq 10\text{mg/kg}$ 要求，参考国内外饲料添加剂磷酸三钙标准（表4）和实际检测结果，本标准将总砷限量拟定为 $\leq 10\text{mg/kg}$ ，维持原标准不变。

2.6.3.3 铅

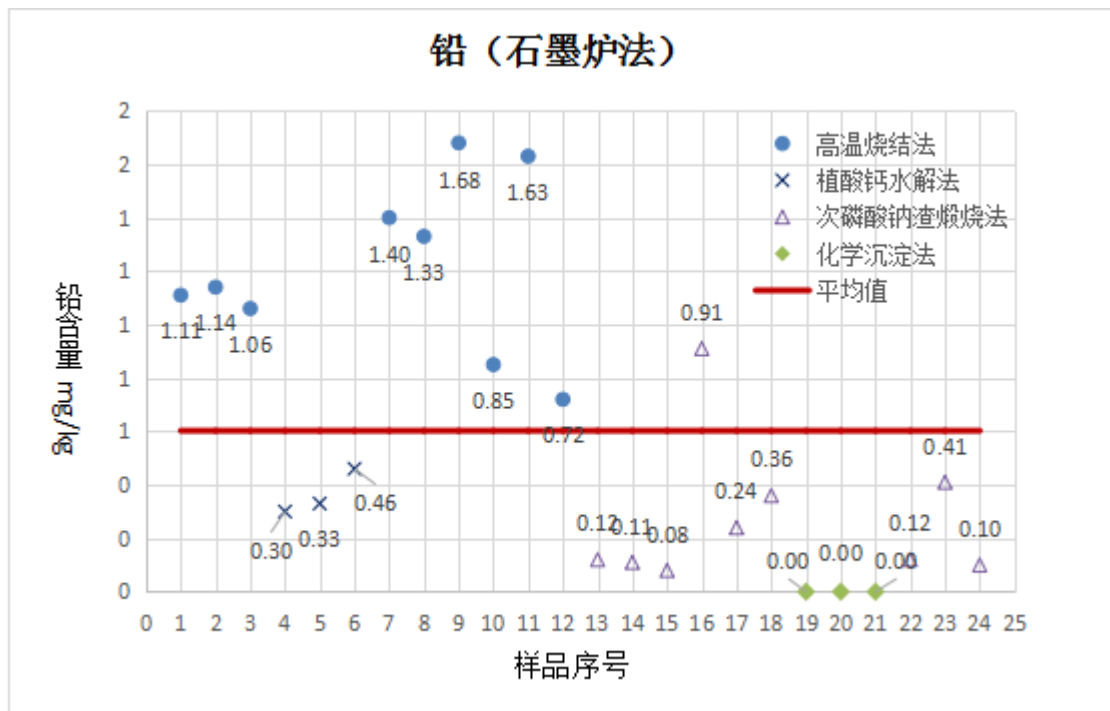
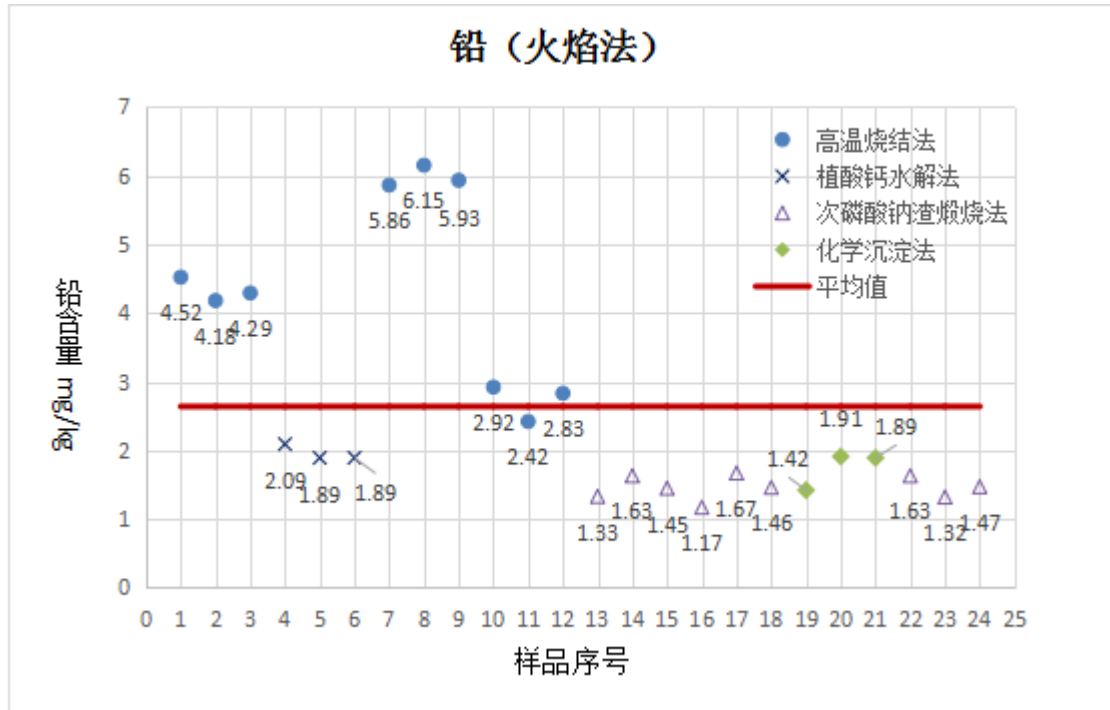


图9 铅含量测定结果

据采样检测结果的分析（附表1）可知，24批样品采用原子吸收火焰法和石墨炉法测定铅含量，火焰法总体比石墨炉法结果偏高。火焰法最大值6.15mg/kg，最小值1.17mg/kg，平均值2.64mg/kg。石墨炉

法最大值1.68mg/kg, 最小值0.00 mg/kg, 平均值0.60mg/kg。

原标准铅含量要求为 ≤ 30 mg/kg, 此限量是按照GB/T 13080-2004《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》方法测定数据的基础上确定, 因原方法对铅的测定方式未明确是否需要扣背景测定, 不扣背景的检测结果会明显高于扣背景的结果, 修订后的检测标准GB/T 13080-2018《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》明确了需要扣除背景的检测要求, 按照该方法测定, 24批(100%)样品铅含量均在20 mg/kg以内, 参考国内外饲料添加剂磷酸三钙标准(表4)和实际检测结果, 本标准将铅限量修订为 ≤ 20 mg/kg。

2.7 铬

2.7.1 指标确定依据

铬作为有毒重金属, 在配合饲料、浓缩料、复合预混合饲料中的抽检中时有超标发生。磷酸盐中的铬均是无机铬, 毒性大, 磷酸三钙的部分生产工艺中没有除重金属工艺, 并且煅烧过程极容易导致铬呈现高毒性的六价态, 作为饲料添加剂进入饲料产品中可能造成重大安全隐患, 对铬提出限量要求也是原标准制定过程中的重大发现。本次标准修订继续将其纳入指标体系。

2.7.2 测定方法

原标准按照GB/T 13088-2006《饲料中铬的测定》方法测定, 目前标准继续有效, 本标准继续采用该方法测定。

2.7.3 测定结果和拟定值

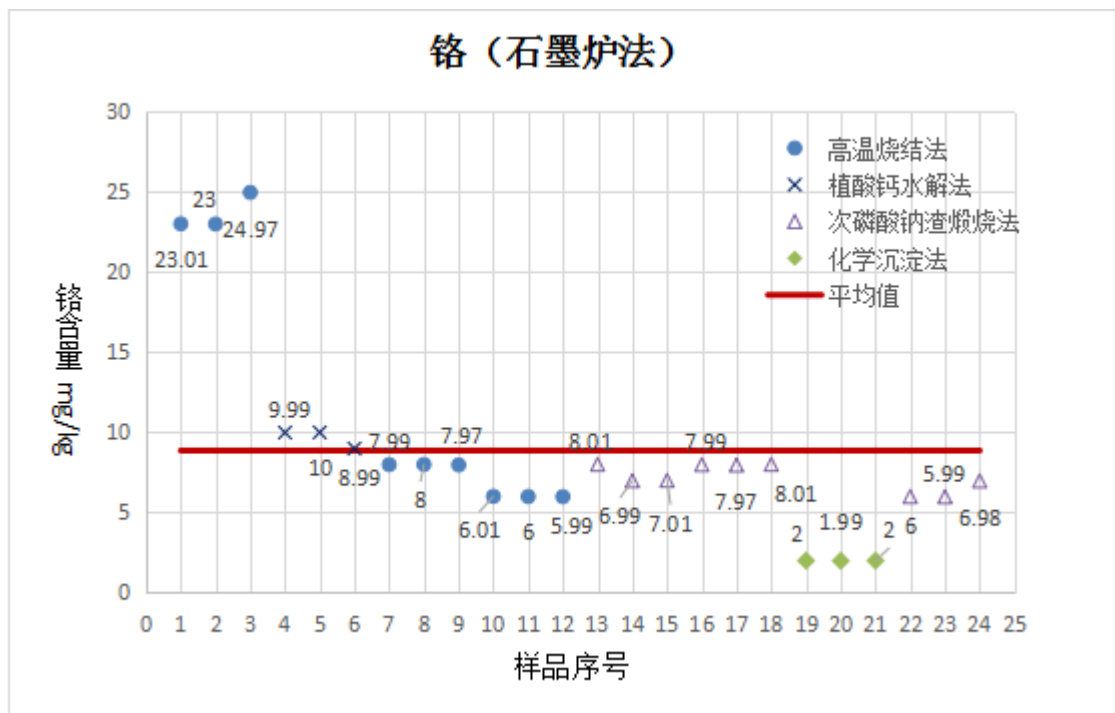
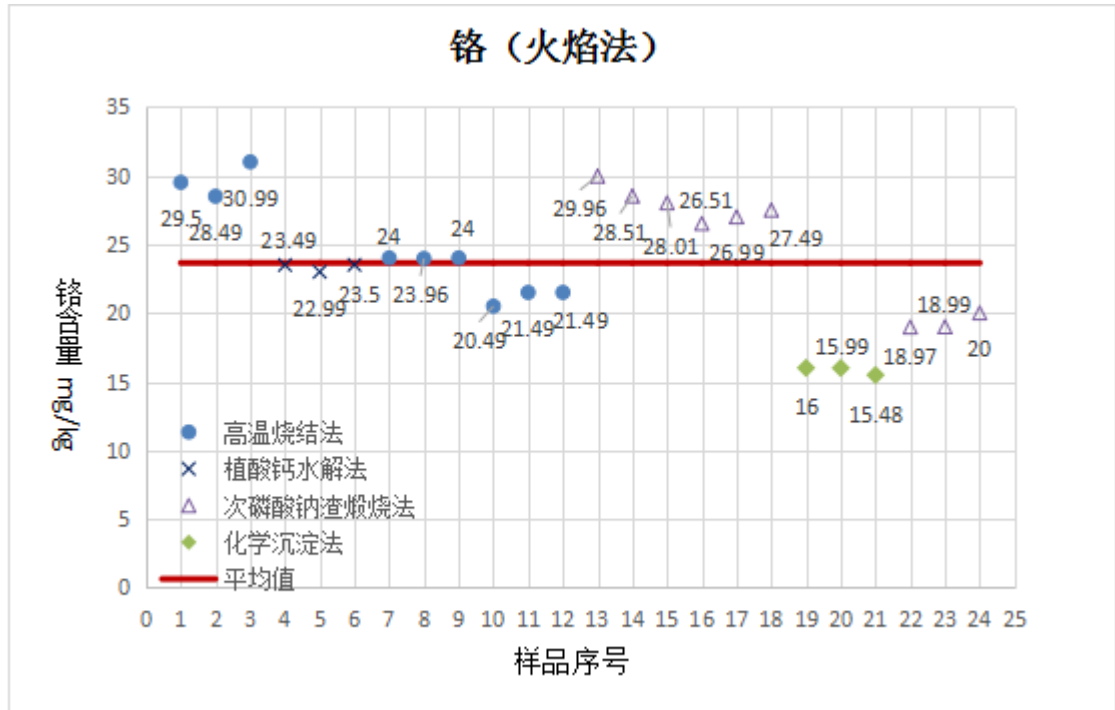


图 10 铬含量测定结果

根据采样检测结果的分析（附表1）可知，24批样品采用原子吸收火焰法和原子吸收石墨炉法测定铬含量，火焰法比石墨炉法结果

偏高。火焰法铬含量最大值30.99mg/kg，最小值15.48mg/kg，平均值23.64mg/kg；原子荧光法最大值24.97mg/kg，最小值2.00mg/kg，平均值8.87mg/kg。火焰法23批(95.8%)样品铬含量均达到原标准 ≤ 30 mg/kg要求，石墨炉法24批(100%)样品铬含量均达到原标准 ≤ 30 mg/kg要求，根据实际检测结果，本标准将铬限量拟定为 ≤ 30 mg/kg，维持原标准不变。

2.8 镉

原标准中没有对金属镉指标进行限量，而国内外饲料添加剂磷酸三钙标准（表4）中，欧盟（EU）标准和日本小野田企业标准中规定了镉含量分别为 ≤ 40 和 ≤ 30 mg/kg。镉作为有毒重金属，过量会对动物机体产生毒害作用，因此，我们对24批样品中的镉进行了测定，方法为GB/T 13082-2021《饲料中镉的测定》，结果如图。

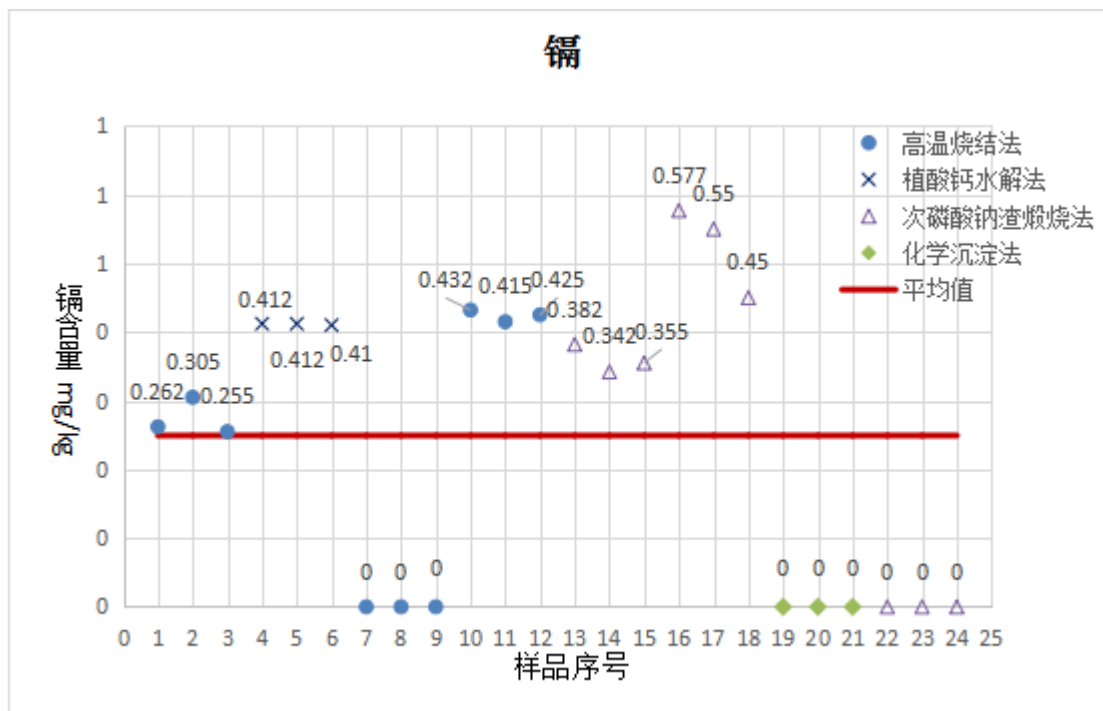


图 11 镉含量测定结果

根据采样检测结果的分析（附表1）可知，样品中镉最大值0.577mg/kg，最小值0 mg/kg，平均值0.249mg/kg，其中8批次均未检出镉。饲料添加剂磷酸三钙若按2%的添加量和实际检测最大值来计算，仅有0.01mg/kg的镉引入饲料产品中，远低于饲料卫生标准GB 13078-2017对水产配合饲料（ $\leq 1\text{mg/kg}$ ）和其他配合饲料（ $\leq 0.5\text{mg/kg}$ ）所规定的镉限量。因此本次标准修订仍未其纳入指标体系。

2.9 细度

2.9.1 指标确定依据

在饲料加工过程中，原料粉碎是重要的一步。原料粉碎的粗细与否影响后续工序，如混合、制粒等过程。为了增加饲料与消化液的接触面积，提高消化率，饲料粉碎很有必要，而且细度越细，饲料制粒时成形越好，饲料的粘合性越好，粉尘率越低，每粒颗粒中饲料成分

越齐全。俄罗斯、欧盟标准规定了细度的要求。本次标准修订继续将其纳入指标体系。

2.9.2 测定方法

原标准按照GB/T 5917.1-2008《饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法》进行测定，该法继续有效，本标准继续采用该方法测定。

2.9.3 测定结果和拟定值

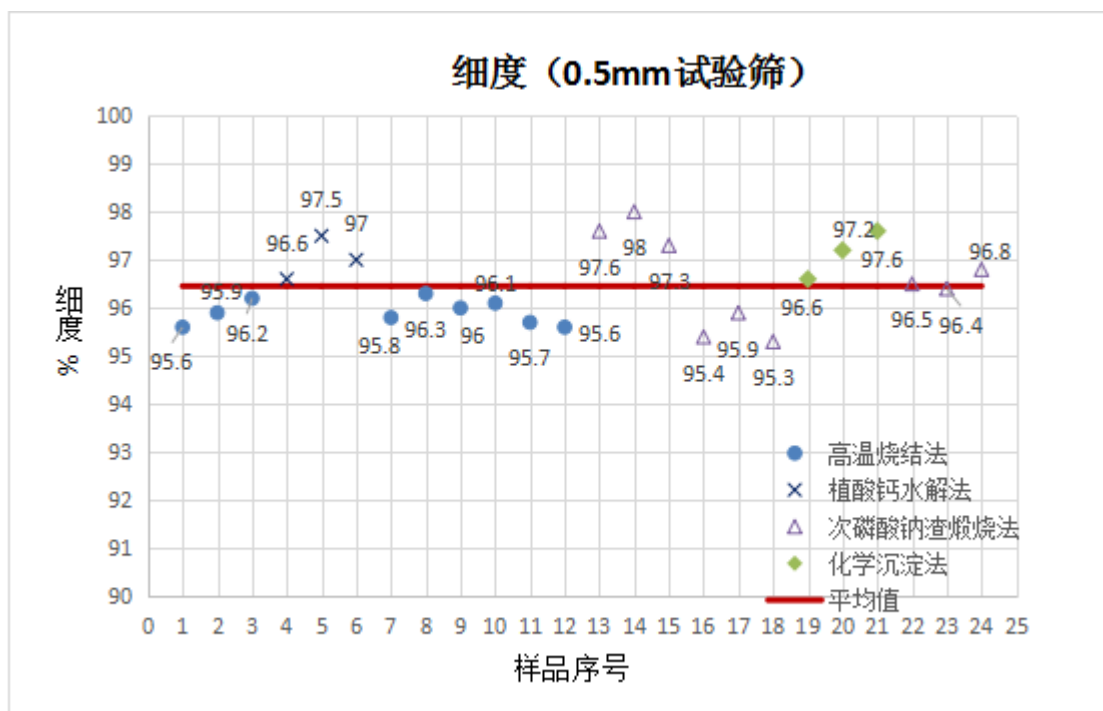


图 12 细度测定结果

根据采样检测结果的分析（附表1）可知，24批样品中细度（过0.50mm试验筛）最大值98.0%，最小值95.3%，平均值96.5%。24批样品（100%）细度 $\geq 95.0\%$ 以内，本标准将细度拟定为 $\geq 95.0\%$ ，维持原标准不变。

2.10 酸不溶物

2.10.1 指标确定依据

酸不溶物一般是指在稀盐酸（10%~20%的盐酸）中不溶的物质，酸不溶物含量越高，理论上相应的钙、总磷含量就越低，也间接反应杂质的含量。俄罗斯标准中规定酸不溶物含量不大于10%和25%。原标准规定酸不溶物 $\leq 10\%$ ，本次标准修订继续将其纳入指标体系。

2.10.2 测定方法

按照原标准GB 34457—2017《饲料添加剂 磷酸三钙》4.11项下重量法测定，试样用盐酸溶液溶解后，将不溶性残渣过滤、干燥后称重，求出酸不溶物含量。

2.10.3 测定结果和拟定值

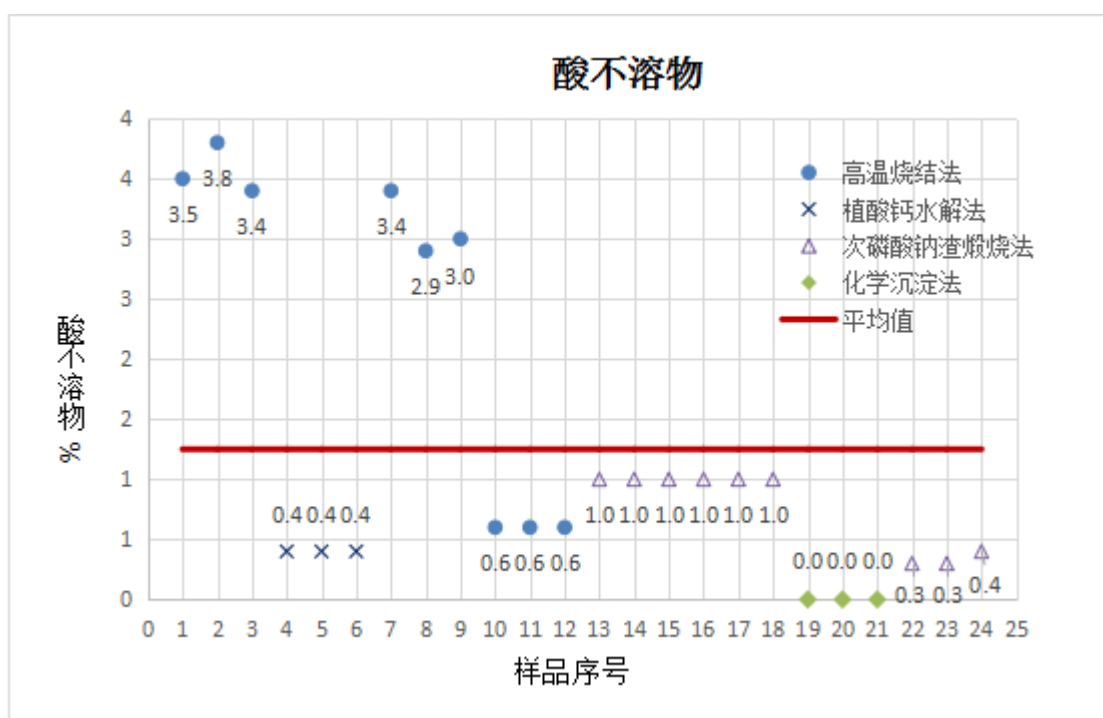


图13 酸不溶物测定结果

根据采样检测结果的分析（附表1）可知，24批样品中酸不溶物最大值3.8%，最小值0.0%，平均值1.3%。24批样品（100%）酸不溶物 $\leq 10.0\%$ ，本标准将酸不溶物拟定为 $\leq 10.0\%$ ，维持原标准不变。

2.11 硫酸盐

2.11.1 指标确定依据

因为大多生产工艺中会用到磷酸，而硫酸是生产磷酸的原料之一，所以产品中不可避免的会残留有硫酸根，硫酸根可以和许多金属离子结合成稳定的硫酸盐，如果产品中残留的硫酸根含量过高，会影响产品质量，影响机体正常代谢，对畜禽有一定危害，原标准中规定了硫酸盐 $\leq 5.0\%$ ，本次标准修订继续将其纳入指标体系。

2.11.2 测定方法

按照原标准GB 34457—2017《饲料添加剂 磷酸三钙》4.12项下重量法测定，在酸性条件下硫酸根与钡离子反应，生成硫酸钡沉淀，经过滤干燥称重后，根据硫酸钡重量计算硫酸根含量。

2.11.3 测定结果和拟定值

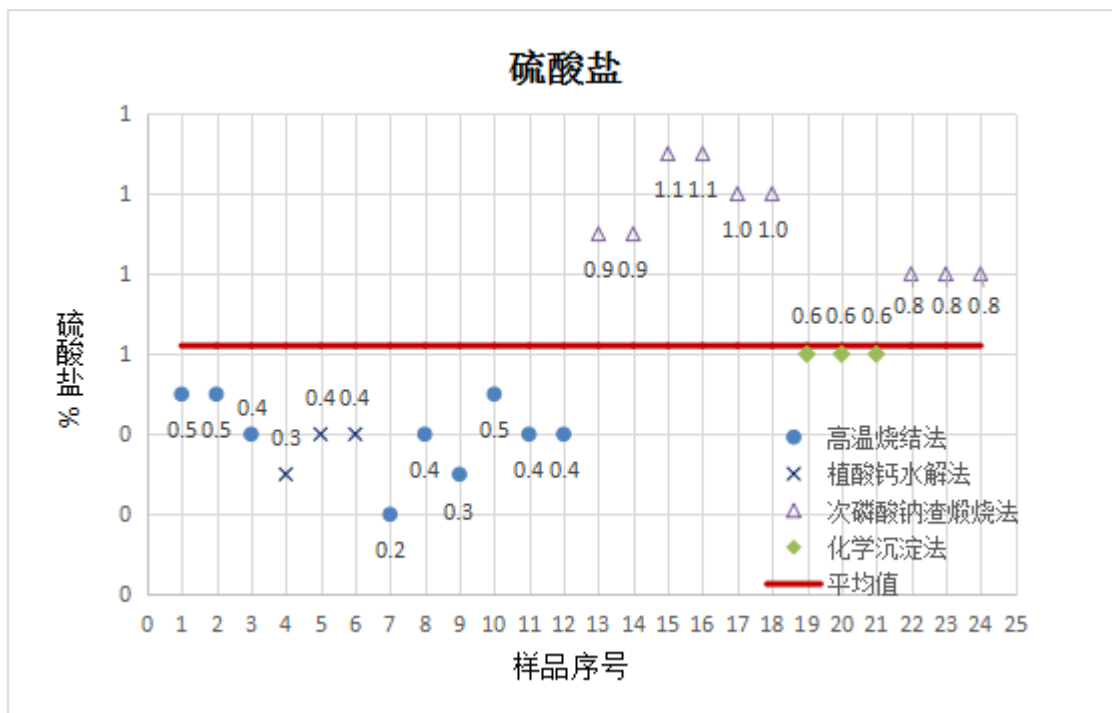


图14 硫酸盐测定结果

根据采样检测结果的分析（附表1）可知，24批样品中硫酸盐最大值1.1%，最小值0.2%，平均值0.6%。24批样品（100%）硫酸盐 $\leq 5.0\%$ ，本标准将硫酸盐拟定为 $\leq 5.0\%$ ，维持原标准不变。

三、与有关法律、法规的关系

本文件所涉及的引用标准均为现行有效标准，本文件遵循现行法律、行政法规的规定。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

本标准与欧盟、俄罗斯、美国、日本同类标准或指南对比，达到国际先进水平，在国内达到了技术先进、经济合理、安全可靠、协调配套的目标。有利于合理开发和利用资源，保护环境，推广科学技术成果。

五、重大分歧意见的处理经过和依据

在标准的制定过程中没有产生重大分歧意见。

六、贯彻标准的要求和措施建议

建议按照强制性国家标准管理办法执行，对社会积极宣贯标准。

七、与实施强制性国家标准有关的政策措施

根据《强制性国家标准管理办法》第九条，县级以上人民政府标准化行政主管部门和有关行政主管部门依据法定职责，对强制性国家标准的实施进行监督检查。根据《饲料和饲料添加剂管理条例》第三条规定，国务院农业行政主管部门负责全国饲料、饲料添加剂的监督管理工作。县级以上地方人民政府负责饲料、饲料添加剂管理的部门（以下简称饲料管理部门），负责本行政区域饲料、饲料添加剂的监督管理工作。第四条，县级以上地方人民政府统一领导本行政区域饲料、饲料添加剂的监督管理工作，建立健全监督管理机制，保障监督管理工作的开展。

违反该强制性国家标准的行为，依据第 609 号国务院令《饲料和饲料添加剂管理条例》、农业农村部公告第 2625 号《饲料添加剂安全使用规范》、主席令 2000 年第 33 号《中华人民共和国产品质量法》和主席令第 11 号《中华人民共和国标准化法》等相关法律法规相关条款进行处理。

八、是否需要对外通报的建议及理由

国内生产的饲料添加剂磷酸三钙产品基本仅限于国内使用，标准仅在国内发布实施，因此建议不对外通报。

九、废止现行有关标准的建议

本标准发布后代替 GB 34457-2017《饲料添加剂 磷酸三钙》。

十、涉及专利的有关说明

本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

十一、强制性国家标准所涉及的产品、过程或者服务目录

本标准适用于高温烧结法、化学沉淀法、植酸钙水解法生产的饲料添加剂磷酸三钙。本文件给出了磷酸三钙的化学名称、分子式、相对分子量，规定了饲料添加剂磷酸三钙的技术要求、采样、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了试验方法。

十二、其他应当说明的事项

无。

附表 1 磷酸三钙试验数据结果 (n=2)

样品 序号	Ca%	总磷%	干燥 失重%	氟mg/kg	总砷mg/kg		铅(火焰法) mg/kg	铅(石墨炉 法) mg/kg	铬mg/kg		细度%	酸不溶 物%	硫酸 盐%	镉 mg/kg
					原子荧光 法	银盐法			火焰法	石墨 炉法				
1	32.6	18.4	0.1	1117	0.28	1.01	4.52	1.11	29.50	23.01	95.6	3.5	0.5	0.262
2	32.7	18.1	0.1	1479	0.12	0.37	4.18	1.14	28.49	23.00	95.9	3.8	0.5	0.305
3	32.4	18.3	0.1	1513	0.17	0.801	4.29	1.06	30.99	24.97	96.2	3.4	0.4	0.255
4	30.3	18.1	0.7	140	0.00	0.00	2.09	0.30	23.49	9.99	96.6	0.4	0.3	0.412
5	30.3	18.2	0.7	145	0.00	0.00	1.89	0.33	22.99	10.00	97.5	0.4	0.4	0.412
6	30.5	18.1	0.7	149	0.00	0.00	1.89	0.46	23.50	8.99	97.0	0.4	0.4	0.41
7	32.4	18.6	0.0	1189	0.12	0.446	5.86	1.40	24.00	7.99	95.8	3.4	0.2	0
8	32.0	18.8	0.0	1092	0.23	0.318	6.15	1.33	23.96	8.00	96.3	2.9	0.4	0
9	31.9	18.4	0.0	1287	0.054	0.356	5.93	1.68	24.00	7.97	96.0	3.0	0.3	0
10	35.2	18.9	1.3	187	0.29	3.24	2.92	0.85	20.49	6.01	96.1	0.6	0.5	0.432
11	35.1	18.7	1.2	168	0.44	3.10	2.42	1.63	21.49	6.00	95.7	0.6	0.4	0.415
12	35.3	19.1	1.2	162	0.38	3.13	2.83	0.72	21.49	5.99	95.6	0.6	0.4	0.425
13	32.5	18.2	0.1	42	0.78	1.56	1.33	0.12	29.96	8.01	97.6	1.0	0.9	0.382
14	32.7	18.3	0.1	33	0.64	1.82	1.63	0.11	28.51	6.99	98.0	1.0	0.9	0.342

15	32.5	18.8	0.0	30	0.91	1.07	1.45	0.08	28.01	7.01	97.3	1.0	1.1	0.355
16	30.2	18.2	0.1	25	2.83	6.80	1.17	0.91	26.51	7.99	95.4	1.0	1.1	0.577
17	30.3	18.5	0.0	26	2.04	5.51	1.67	0.24	26.99	7.97	95.9	1.0	1.0	0.55
18	30.3	18.4	0.0	29	1.86	3.67	1.46	0.36	27.49	8.01	95.3	1.0	1.0	0.45
19	34.8	19.1	0.8	20	0.00	0.265	1.42	0.00	16.00	2.00	96.6	0.0	0.6	0
20	35.0	19.0	0.7	22	0.00	0.253	1.91	0.00	15.99	1.99	97.2	0.0	0.6	0
21	34.8	19.0	0.7	25	0.00	0.265	1.89	0.00	15.48	2.00	97.6	0.0	0.6	0
22	33.1	18.6	0.0	48	2.88	5.53	1.63	0.12	18.97	6.00	96.5	0.3	0.8	0
23	33.3	18.6	0.1	55	2.64	5.44	1.32	0.41	18.99	5.99	96.4	0.3	0.8	0
24	33.3	18.2	0.0	48	5.29	5.70	1.47	0.10	20.00	6.98	96.8	0.4	0.8	0
最大值	35.2	19.1	1.3	1513	5.29	6.80	6.15	1.68	30.99	24.97	98.0	3.8	1.0	0.577
最小值	30.2	18.1	0.0	20	0.00	0.00	1.17	0.00	15.48	2.00	95.3	0.0	0.2	0
平均值	32.6	18.5	0.4	376	0.91	2.11	2.64	0.60	23.64	8.87	96.5	1.3	0.6	0.249

主要参考文献

- [1] 曾波,赵海燕.饲料脱氟磷酸三钙的生产技术[J].云南化工,2003,(03):13-20.
- [2] 汪家铭.瓮福小野田化工 5 万 t/a 饲料级脱氟磷酸三钙项目投产[J].化工矿物与加工,2013,42(03):45.
- [3] 徐艳丽,周贵云,郭举.饲料级脱氟磷酸三钙制备的研究[J].化工矿物与加工,2008,(11):9-12.
- [4] 赵海燕,曾波,李海昆.云南磷矿制取饲料级脱氟磷酸三钙的研究[J].饲料工业,2005,(10):56-59.
- [5] 宋生琼,李士彬,管永胜,等.贵州省磷矿及伴生矿种开发利用面临的问题与对策建议[J].中国矿业,2020,29(03):24-28.
- [6] Jian Dong, Toshimasa Uemura, Yoshio Shirasaki, et al, Promotion of bone formation using highly pure porous β -TCP combined with bone marrow-derived osteoprogenitor cells[J], *Biomaterials.*, 2002, 23:4493-4502.
- [7] Leticia Carbajal, Sara Serena, Maria Antonia Sainz, et al, Phase and melting relationships of β , α and α' - $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ polymorphs in the $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ - $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$ system[J], *Journal of the European Ceramic Society*, 2017, 37(05):2277-2283.
- [8] 王磊磊.饲料级磷酸二氢钙、磷酸三钙和磷酸二氢钠的质量和安全性研究[D].四川农业大学,2013.
- [9] 闫丽娟,毕成良,唐雪娇,等.用次磷酸钠废渣制备饲料级磷酸三钙[J].化工环保,2008,(03):255-257.
- [10] 鲍庆晗,王安,王洋. 氯的研究进展及其在家禽营养中的作用[J]. 饲料工业,2007,28(20):58-61.