



中华人民共和国国家标准

GB 7300.3XX—20XX

代替 GB/T 22549—2017

饲料添加剂 第3部分： 矿物元素及其络（螯）合物 磷酸氢钙

Feed additives—Part 3: Minerals and their complexes (or chelates)

— Dicalcium phosphate

(征求意见稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件代替GB 22549—2017《饲料添加剂 磷酸氢钙》，与GB/T 22549—2017相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了铬（Cr）指标（见5.4；2017年版的4.2）；
- 更改了喹钼柠酮溶液的配制方法（见7.4.2.3；2017年版的5.5.2.3）；
- 更改了总磷、枸溶性磷试验步骤中的称样量（见7.4.4.1和5.6.4；2017年版的5.5.4.1和7.5.4）；
- 更改了批量（见8.1；2017年版的6.1）。

本文件为GB 7300《饲料添加剂》的第30X部分。GB 7300已经发布了以下部分：

- 第1部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-苏氨酸（GB 7300.101）；
- 第1部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 甘氨酸（GB 7300.102）；
- 第1部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 蛋氨酸羟基类似物（GB 7300.103）；
- 第1部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-缬氨酸（GB 7300.104）；
- 第2部分：维生素及类维生素 L-抗坏血酸-2-磷酸酯盐（GB 7300.201）；
- 第2部分：维生素及类维生素 维生素 D₃ 油（GB 7300.202）；
- 第2部分：维生素及类维生素 甜菜碱（GB 7300.203）；
- 第2部分：维生素及类维生素 甜菜碱盐酸盐（GB 7300.204）；
- 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 碘化钾（GB 7300.301）；
- 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 亚硒酸钠（GB 7300.302）；
- 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 碘酸钾（GB 7300.303）；
- 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 甘氨酸铁络合物（GB 7300.304）；
- 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 碱式氯化铜（GB 7300.305）；
- 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 烟酸铬（GB 7300.306）；
- 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 甘氨酸锌（GB 7300.307）；
- 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 苏氨酸锌螯合物（GB 7300.308）；
- 第4部分：酶制剂 木聚糖酶（GB 7300.401）；
- 第4部分：酶制剂 植酸酶（GB 7300.402）；
- 第4部分：酶制剂 纤维素酶（GB 7300.403）；
- 第4部分：酶制剂 β-甘露聚糖酶（GB 7300.404）；
- 第4部分：酶制剂 α-半乳糖苷酶（GB 7300.405）；
- 第5部分：微生物 酿酒酵母（GB 7300.501）；
- 第5部分：微生物 植物乳杆菌（GB 7300.502）；

- 第5部分：微生物 嗜酸乳杆菌（GB 7300.503）；
- 第5部分：微生物 尿肠球菌（GB 7300.504）；
- 第5部分：微生物 凝结芽孢杆菌（GB 7300.505）；
- 第6部分：非蛋白氮 尿素（GB 7300.601）；
- 第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 碳酸氢钠（GB 7300.801）；
- 第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 丙酸（GB 7300.802）；
- 第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 氯化铵（GB 7300.803）；
- 第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 苯甲酸（GB 7300.804）；
- 第9部分：着色剂 β -胡萝卜素粉（GB 7300.901）；
- 第9部分：着色剂 β, β -胡萝卜素-4,4-二酮（斑蝥黄）（GB 7300.902）；
- 第10部分：调味和诱食物质 谷氨酸钠（GB 7300.1001）；
- 第10部分：调味和诱食物质 大蒜素（GB 7300.1002）；
- 第10部分：调味和诱食物质 新甲基橙皮苷二氢查耳酮（GB 7300.1003）；
- 第13部分：其他 胆汁酸（GB 7300.1301）。

请注意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这些专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部提出并归口。

引 言

饲料添加剂是指在饲料加工、制作、使用过程中添加的少量或者微量物质，包括营养性饲料添加剂和一般饲料添加剂。为便于使用，按照产品类型，GB 7300《饲料添加剂》分为以下 13 个大类：

- 氨基酸、氨基酸盐及其类似物；
- 维生素及类维生素；
- 矿物元素及其络（螯）合物；
- 酶制剂；
- 微生物；
- 非蛋白氮；
- 抗氧化剂；
- 防腐剂、防霉剂和酸度调节剂；
- 着色剂；
- 调味和诱食物质；
- 粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂；
- 多糖和寡糖；
- 其他。

本文件的产品磷酸氢钙属于第 3 大类矿物元素及其络（螯）合物，因磷酸氢钙是第 X 个发布的产品标准，所以本文件以 GB 7300.3XX 编号，作为 GB 7300 的第 3XX 部分。

饲料添加剂 第3部分： 矿物元素及其络（螯）合物 磷酸氢钙

1 范围

本文件给出了磷酸氢钙的化学名称，规定了饲料添加剂磷酸氢钙的技术要求、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了取样和试验方法。

本文件适用于以湿法磷酸为原料，按一定的钙磷比经化学合成生产的饲料添加剂磷酸氢钙。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6003.1—2022 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—2018 饲料中钙的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 13082 饲料中镉的测定
- GB/T 13083 饲料中氟的测定 离子选择性电极法
- GB/T 13088 饲料中铬的测定
- GB/T 14699 饲料 采样

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类

按生产工艺不同分为 I 型、II 型和 III 型。

5 技术要求

5.1 外观与性状

本品应为白色或略带微黄色粉末或颗粒。

5.2 鉴别

试样溶液加草酸铵溶液产生白色沉淀，此沉淀溶于过量盐酸溶液。

试样溶液加硝酸银溶液产生黄色沉淀，此沉淀不溶于冰乙酸，溶于过量氨水溶液。

5.3 理化指标

应符合表1的要求。

表1 理化指标

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
水溶性磷 (P) $w / \%$		—	≥ 8.0	≥ 10.0
钙 (Ca) $w / \%$		≥ 20.0	≥ 15.0	≥ 14.0
游离水分 $w / \%$		≤ 4.0		
细度 $w / \%$	粉状, 通过0.5 mm网孔的试验筛	≥ 95		
	粒状, 通过2 mm网孔的试验筛	≥ 90		
用户对细度有特殊要求时, 由供需双方协商。				

5.4 卫生指标

应符合表2的要求。

表2 卫生指标

项目		指标		
		I 型	II 型	III 型
氟 (F) / (mg/kg)		$\leq 1\ 800$		
总砷 (以As计) / (mg/kg)		≤ 20		
铅 (Pb) / (mg/kg)		≤ 30		
镉 (Cd) / (mg/kg)		≤ 10		
铬 (Cr) / (mg/kg)		≤ 30	≤ 35	≤ 45

6 取样

按GB/T 14699的规定执行。

7 试验方法

警告：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，并采取适当安全和防护措施！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

7.1 一般规定

除另有说明，所用试剂均为分析纯试剂；所用标准滴定溶液和其他试剂，应按照GB/T 601、GB/T 603的规定制备；试验用水均为GB/T 6682规定的三级水。

7.2 外观与性状

取适量试样置于清洁干燥的烧杯中，在自然光下观察其色泽和性状。

7.3 鉴别试验

7.3.1 试剂或材料

7.3.1.1 冰乙酸。

7.3.1.2 盐酸溶液：1+1。

7.3.1.3 氨水溶液：1+1。

7.3.1.4 草酸铵溶液：100 g/L。

7.3.1.5 硝酸银溶液：170 g/L。

7.3.2 鉴别方法

7.3.2.1 钙离子的鉴别

称取约0.1 g试样，加5 mL冰乙酸，煮沸使试样溶解，冷却后过滤，滤液加5 mL草酸铵溶液，产生白色沉淀。取少许沉淀，加适量盐酸溶液可溶解沉淀。

7.3.2.2 磷酸根的鉴别

称取约0.1 g试样溶于10 mL水中，加1 mL硝酸银溶液，生成黄色沉淀。取少许沉淀，加入2 mL冰乙酸，沉淀不溶解。取少许沉淀，加适量氨水溶液可溶解沉淀。

7.4 总磷（P）含量

7.4.1 原理

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生成磷钼酸喹啉沉淀。经过滤、烘干、称量，确定总磷含量。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.4.2.2 硝酸溶液：1+1。

7.4.2.3 喹钼柠酮溶液。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm~15 μm。

7.4.3.2 电热恒温干燥箱：温度可控制在 180 °C ± 5 °C。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 试验溶液 A 的制备

平行做两份试验。称取适量试样（I 型约 1 g，II 型和 III 型约 0.8 g）（精确至 0.000 1 g），置于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 盐酸溶液和少量水，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，用于总磷含量和钙含量的测定。

7.4.4.2 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，并与试样同时同样处理。

7.4.4.3 试验

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，用水至总体积约 100 mL，加热至微沸，加 50 mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，于水浴中加热至烧杯内的物质达到 75 °C ± 5 °C，保温 30 s（加热时不应使用明火，加试剂或加热是不能搅拌）。冷却至室温，冷却过程中搅拌 3 次~4 次。用预先在 180 °C ± 5 °C 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤，以倾析法洗涤沉淀 5 次~6 次，每次用水约 20 mL。将沉淀全部转移至玻璃砂坩埚中，继续用水洗涤沉淀 3 次~4 次，每次均应抽干。将玻璃砂坩埚置于电热恒温干燥箱中，温度稳定后开始计时，于 180 °C ± 5 °C 干燥 45 min。取出稍冷，置于干燥器中冷却至室温，称量（精确至 0.000 1 g）。

7.4.5 试验数据处理

总磷含量以磷（P）的质量分数 w_1 计，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.0140}{m \times (20/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）；

0.0140 ——磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

7.4.6 精密度

在重复性条件下，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

7.5 枸溶性磷

7.5.1 原理

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。

7.5.2 试剂或材料

中性柠檬酸铵溶液：溶解 74 g 柠檬酸于 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 °C)，将溶液贮存于密闭的瓶中备用（如果长期使用，用前需要校正溶液 pH 为 7.0）。

7.5.3 仪器设备

7.5.3.1 酸度计：分度值为 0.2，配有玻璃电极和饱和甘汞电极或银电极。

7.5.3.2 比重计。

7.5.3.3 电热恒温水浴器：温度可控制在 65 °C ± 2 °C。

7.5.4 试验步骤

平行做两份试验。称取适量试样（I 型约 1 g，II 型和 III 型约 0.8 g）（精确至 0.00001 g），置于 250 mL 容量瓶中，加入 100 mL 中性柠檬酸铵溶液，将容量瓶置于 65 °C ± 2 °C 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，每次摇动约 30 s，取出容量瓶，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。干过滤，弃去初始的 20 mL 滤液。同时制备空白试验溶液。

用移液管移取 20 mL 试验溶液和空白试验溶液，以下操作按 7.4.4.3 从“分别置于 250 mL 烧杯中……”开始进行试验。

7.5.5 试验数据处理

枸溶性磷含量按式（1）进行计算。

7.5.6 精密度

在重复性条件下，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

7.6 水溶性磷

7.6.1 试验步骤

平行做两份试验。称取约 0.5 g 试样（精确至 0.0001 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 7.4.4.3 从“加 10 mL 硝酸溶液……”开始进行试验。同时做空白试验。

7.6.2 试验数据处理

水溶性磷含量按式（1）进行计算。

7.6.3 精密度

在重复性条件下，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

7.7 钙含量

7.7.1 原理

同GB/T 6436—2018中4.1。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 蔗糖溶液：25 g/L。

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

7.7.2.3 其他同GB/T 6436—2018中4.2。

7.7.3 试验步骤

用移液管移取25 mL试验溶液A（见7.4.4.1），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，在黑色背景下用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液滴定至溶液由绿色荧光消失呈紫红色为终点。

7.7.4 试验数据处理

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 ——滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

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

m ——试样（见7.4.4.1）质量的数值，单位为克（g）。

7.7.5 精密度

在重复性条件下，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

7.8 游离水分

7.8.1 试剂或材料

丙酮。

7.8.2 仪器设备

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

7.8.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 50 °C ± 2 °C。

7.8.3 试验步骤

平行做两份试验。称取约 2.0 g 试样（精确至 0.0001 g），置于已在 50 °C ± 2 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚中，加 5 mL 丙酮，用细玻璃棒搅拌均匀后抽滤，再用丙酮洗涤 2 次，每次用 5 mL。将盛试样的玻璃砂坩埚在通风橱中放置 10 min，然后置于 50 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中干燥 2 h，在干燥器中冷却 20 min，称量（精确至 0.0001 g）。

7.8.4 试验数据处理

游离水分以质量分数 w_3 计，按式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_3 ——干燥前试样和玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克（g）；

m_4 ——干燥后试样和玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

7.8.5 精密度

在重复性条件下，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

7.9 细度

7.9.1 仪器设备

7.9.1.1 试验筛：Φ 200 mm × 50 mm—0.5/0.315 GB/T 6003.1—2022。

7.9.1.2 试验筛：Φ 200 mm × 50 mm—2/0.9 GB/T 6003.1—2022。

7.9.2 试验步骤

平行做两份试验。称取约 20.0 g 试样（精确至 0.01 g），置于试验筛中进行筛分，称量筛下物的质量（精确至 0.01 g）。

7.9.3 试验数据处理

细度以质量分数 w_4 计，按式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_5}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_5 ——筛下物质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

7.9.4 精密度

在重复性条件下，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.5 %。

7.10 氟

7.10.1 试剂或材料

盐酸溶液：1+4。

7.11 试验步骤

平行做两份试验。称取0.5 g~1.0 g试样（精确至0.0001 g），置于100 mL容量瓶中，加16 mL盐酸溶液，置于65 °C±2 °C水浴中加热至试样溶解，冷却，用水稀释至刻度，摇匀。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的规定执行。

7.12 总砷

7.12.1 试剂或材料

盐酸溶液：1+1。

7.12.2 试验步骤

称取2.0 g~5.0 g试样（精确至0.0001 g），加20 mL盐酸溶液，加热溶解，冷却后转移至250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，干过滤，弃去初始的20 mL滤液。此滤液为试验溶液B，用于总砷、铅、镉和铬的测定。

按GB/T 13079的规定执行。

7.13 铅

按 GB/T 13080 的规定执行。

7.14 镉

按 GB/T 13082 的规定执行。

7.15 铬

按 GB/T 13088 的规定执行。

8 检验规则

8.1 组批

以相同原料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批，每批产品不应超过200 t。

8.2 出厂检验

出厂检验项目应为外观与性状、总磷、枸溶性磷、水溶性磷、钙、游离水分和氟。

8.3 型式检验

型式检验项目应为第 5 章规定的所有项目。在正常生产情况下，每 6 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 产品停产 3 个月以上，重新恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上一次型式检验结果有较大差异时；
- e) 饲料管理部门提出检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所检项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合文件规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检。若复检结果仍不符合文件规定，则判定该批产品不合格。

8.4.3 各项指标极限数值判定按 GB/T 8170 中修约值比较法执行。

9 标志、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

按 GB 10648 的规定执行。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮和防泄漏。

9.3 运输

运输中应防止包装破损、防潮、防晒。不应与有毒有害物质混运。

9.4 贮存

贮存在干燥的库房内，防止日晒、雨淋。不应与有毒有害物质混贮。

9.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，产品保质期与标签中标明的保质期一致。