



中华人民共和国国家标准

GB 7300.803—20××

代替 GB 34467-2017

饲料添加剂 第8部分： 防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 柠檬酸钙

Feed additives—Part 8:Preservatives,mildew preventives and acidity
regulators—Calcium citrate

(公开征求意见稿)

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。

本文件为 GB 7300《饲料添加剂》的第803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 屎肠球菌(GB 7300.503)；
- 第5部分：微生物 嗜酸乳杆菌(GB 7300.504)；
- 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)。

本文件代替 GB 34467-2017《饲料添加剂 柠檬酸钙》，与 GB 34467-2017《饲料添加剂 柠檬酸钙》相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更新了部分规范性引用文件（见第2章，2017年版的第2章）
- 增加了“钙指标及计算公式”（见5.3表1、7.3）；
- 更改了“柠檬酸钙(Ca₃(C₆H₅O₇)₂，以干基计)/%”（见5.3表1、7.3，2017年版3.2）
- 更改了“粒度”的表述（见5.3表1，2017年版3.2）；
- 更改了“感官检验”的表述（见7.2，2017年版4.2）；

- 更改了“钙的鉴别”的灼烧条件（见 7.3.3，2017 年版 4.3.3）；
- 更改了“pH”范围的表述（见 7.4.1，2017 年版 4.4.1）；
- 更改了“盐酸”浓度的表述（见 7.4.2.2，2017 年版 4.4.2.1）；
- 更改了“氢氧化钠溶液”的浓度（见 7.4.2.3，2017 年版 4.4.2.2）；
- 更改了“试验步骤”中氢氧化钠溶液的用量（见 7.4.3，2017 年版 4.4.3）；
- 更改了柠檬酸钙的计算公式（见 7.5，2017 年版 4.4.4.1）；
- 增加了“柠檬酸含量的测定”第二法（高效液相色谱法）（见 7.6.2）；
- 更改了“干燥失重的测定”的表述（见 7.7，2017 年版 4.6）；
- 更改了“判定规则”的表述（见 8.5.3，2017 年版 5.5）。

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。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2017年首次发布为 GB 34467—2017；
- 本次为第一次修订。

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。

- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物；
- 第 2 部分：维生素及类维生素；
- 第 3 部分：矿物元素及其络（螯）合物；
- 第 4 部分：酶制剂；
- 第 5 部分：微生物；
- 第 6 部分：非蛋白氮；
- 第 7 部分：抗氧化剂；
- 第 8 部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂；
- 第 9 部分：着色剂；
- 第 10 部分：调味和诱食物质；
- 第 11 部分：粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂；
- 第 12 部分：多糖和寡糖；
- 第 13 部分：其他。

本文件的产品柠檬酸钙属于第 8 大类防腐剂、防霉剂和酸度调节剂，因柠檬酸钙是此大类第 X 个发布的产品标准，所以本文件以 GB 7300.80X 编号，作为 GB 7300 的第 80X 部分。

饲料添加剂 第 8 部分： 防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 柠檬酸钙

1 范围

本文件给出了柠檬酸钙的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂柠檬酸钙的技术要求、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了取样和试验方法。

本文件适用于柠檬酸和含钙化合物为原料，经反应制成的饲料添加剂柠檬酸钙。

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。

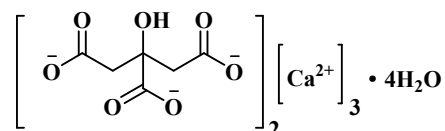
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 13083 饲料中氟的测定 离子选择性电极法
- GB/T 14699 饲料 采样

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

- 4.1 化学名称：2-羟基-1, 2, 3-丙烷三羧酸钙四水合物
- 4.2 分子式： $\text{Ca}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- 4.3 相对分子质量：570.50(按 2022 年国际相对原子量计算)
- 4.4 结构式：



5 技术要求

5.1 外观与性状

本品应为白色结晶性粉末，无臭，无味，不溶于水或乙醇。

5.2 鉴别

钙离子和柠檬酸根的鉴别分别呈正反应。

5.3 理化指标

应符合表1的要求。

表1 理化指标

项目	指标
柠檬酸钙 (Ca ₃ (C ₆ H ₅ O ₇) ₂ , 以干基计) /%	≥97.0
钙 (以干基计) /%	≥23.4
柠檬酸 (以干基计) /%	≥73.6
干燥失重/%	≤13.0
粒度 (孔径 0.25 mm 试验筛通过率) /%	≥95

5.4 卫生指标

应符合表2的要求。

表2 卫生指标

项目	指标
总砷 (以As计) / (mg/kg)	≤3
铅 / (mg/kg)	≤10
氟 / (mg/kg)	≤50

6 取样

按 GB/T 14699 的规定执行。

7 试验方法

警示：检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时应采取适当的安全和防护措施。

7.1 一般规定

除非另有说明，所有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 感官检验

取适量的试样于洁净干燥的白色瓷盘中，于自然光线下观察其色泽、形态，并嗅其气味。

7.3 鉴别试验

7.3.1 试剂或材料

7.3.1.1 盐酸溶液 (6 mol/L)：盐酸+水=1+1。

7.3.1.2 硝酸溶液 (2 mol/L)：取 25 mL 用水定容至 200 mL。

7.3.1.3 硫酸汞溶液 (1 mol/L)：称取 29.7 g 硫酸汞，用水溶解并定容至 100 mL。

7.3.1.4 高锰酸钾溶液 (1 mol/L)：称取 15.8 g 高锰酸钾，用水溶解并定容至 100 mL。

7.3.1.5 乙酸溶液 (1 mol/L)：称取 6.0 g 冰乙酸，用水定容至 100 mL。

7.3.1.6 草酸铵溶液 (1 mol/L)：称取 14.2 g 一水合草酸铵用水溶解并定容至 100 mL。

7.3.2 仪器设备

7.3.2.1 电子天平：精度 0.01 g。

7.3.2.2 马弗炉：550 °C ± 5 °C。

7.3.2.3 电热板。

7.3.3 柠檬酸根的鉴别

称取约0.5 g试样于烧杯中，加入10 mL水和2.5 mL硝酸溶液（7.3.1.2）的混合液中，加入1 mL硫酸汞溶液（7.3.1.3），电热板（7.3.2.3）加热至沸腾，再加1 mL高锰酸钾溶液（7.3.1.4）后产生白色的沉淀，柠檬酸根的鉴别结果呈正反应。

7.3.4 钙离子的鉴别

称取约0.5 g试样于瓷坩埚中，在电热板（7.3.2.3）上灼烧碳化，移至马弗炉（7.3.2.2）中于550 °C灼烧20 min，冷却后将残渣溶于10 mL水和1 mL乙酸溶液（7.3.1.5）的混合液中，过滤，滤液中加入10 mL草酸铵溶液（7.3.1.6）产生白色沉淀，沉淀物可溶于盐酸溶液（7.3.1.1），钙离子的鉴别结果呈正反应。

7.4 钙和柠檬酸钙

7.4.1 原理

在 pH>13 的介质中，试样溶液中的钙用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定，以钙羧酸指示剂指示终点，滴定过程中乙二胺四乙酸二钠与钙羧酸指示剂络合的 Ca^{2+} 反应，游离出钙羧酸指示剂，滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点，根据消耗的滴定液体积，计算钙的含量。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 盐酸溶液（3 mol/L）：量取 25 mL 浓盐酸用水稀释至 100 mL。

7.4.2.2 氢氧化钠溶液（2 mol/L）：称取 8 g 氢氧化钠，用水溶解并定容至 100 mL。

7.4.2.3 30%三乙醇胺溶液：量取 30 mL 三乙醇胺，用水稀释并定容至 100 mL。

7.4.2.4 1%钙羧酸指示剂：称取 10 g 预先在 105 °C~110 °C 下烘干 2 h 的氯化钠，置于研钵中研细，再加入 0.1 g 钙羧酸指示剂，研细、混匀。

7.4.2.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 $c(\text{EDTA-2Na})=0.05 \text{ mol/L}$ ：按 GB/T 601 配制和标定。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 分析天平：精度 0.000 1 g

7.4.3.2 碱式滴定管：25 mL。

7.4.4 试验步骤

平行做两份试验。称取试样约 0.2 g（精确至 0.000 1 g），置于 250 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 水，2 mL 盐酸溶液（7.4.2.1）摇动至试样溶解后，加水稀释至 100 mL，加入三乙醇胺溶液（7.4.2.3）5 mL，氢氧化钠溶液（7.4.2.2）20 mL，摇匀，加入 1% 钙羧酸指示剂（7.4.2.4）0.1 g，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液（7.4.2.5）滴定，至试样溶液由紫红色变为纯蓝色，即为终点。同时用空白试验校正。

7.4.5 试验数据处理

7.4.5.1 钙

试样中的钙含量（以干基计） w_1 以质量分数计，用百分数（%）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{c_1 \times (V_1 - V_2) \times M}{m_1 \times 1000 \times (1 - w_5)} \times 100 \% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1 ——试样消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——空白溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M ——钙的摩尔质量（40.078），单位为克每摩尔(g/mol)；

m_1 ——试样的质量，单位为克（g）；

1000——体积换算系数；

w_5 ——试样的干燥失重，用百分数（%）表示。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留 3 位有效数字。

7.4.5.2 柠檬酸钙

试样中柠檬酸钙含量 ($\text{Ca}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2$, 以干基计) /% w_2 以质量分数计, 用百分数 (%) 表示, 按式 (2) 计算:

$$w_2 = 4.146 \times w_1 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_1 ——试样中钙的含量 (以干基计), 用百分数 (%) 表示;

4.146——柠檬酸钙与钙的转换系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示, 保留 3 位有效数字。

7.4.6 精密度

在重复性条件下, 两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

7.5 柠檬酸

7.5.1 第一法 (氧化还原滴定法)

7.5.1.1 原理

试样溶解在酸性溶液中, 高锰酸钾定量地氧化试样溶液中的柠檬酸, 反应完成后, 溶液中剩余的高价锰与碘化钾发生反应生成碘, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定, 根据消耗标准滴定溶液的体积计算柠檬酸的含量。

7.5.1.2 试剂或材料

7.5.1.2.1 硫酸锰。

7.5.1.2.2 碘化钾。

7.5.1.2.3 柠檬酸 (CAS 号: 77-92-9, 优级纯, 含量 $\geq 99.0\%$)。

7.5.1.2.4 盐酸溶液 (6 mol/L): 盐酸+水=1+1。

7.5.1.2.5 硫酸溶液 (20%): 取 20 g 浓硫酸加入 80 mL 水中。

7.5.1.2.6 高锰酸钾标准溶液 [$c(1/5 \text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$]: 按 GB/T 601 配制。

7.5.1.2.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$]: 按 GB/T 601 配制和标定。

7.5.1.2.8 淀粉溶液 (10 g/L): 按 GB/T 603 规定配制, 临用现配。

7.5.1.3 仪器设备

7.5.1.3.1 分析天平: 精度为 0.000 1 g。

7.5.1.3.2 碱式滴定管: 25 mL。

7.5.1.4 试验步骤

7.5.1.4.1 比值 (K) 的确定

平行做两份试验。移取高锰酸钾标准溶液 (7.5.1.2.6) 25.00 mL 于 250 mL 锥形瓶中, 加水 150 mL、硫酸溶液 (7.5.1.2.5) 10 mL 及硫酸锰 (7.5.1.2.1) 1 g, 再加碘化钾 (7.5.1.2.2) 2 g, 溶解, 摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液 (7.5.1.2.7) 滴定至淡黄色, 加淀粉溶液 (7.5.1.2.8) 2 mL, 继续滴定至蓝色消失, 即为终点, 记录硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗体积 (V_3)。

比值 (K) 按式 (3) 计算:

$$K = \frac{25}{V_3} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

25——高锰酸钾标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_3 ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

测定结果以平行测定的算术平均值表示, 保留 4 位有效数字。

7.5.1.4.2 滴定度 (T) 的确定

平行做两份试验。称取柠檬酸 (7.5.1.2.3) 约 1 g (精确至 0.0001 g) 于 100 mL 烧杯中, 加水 10 mL 溶解, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 用水定容, 摇匀。移取 1.00 mL 至 250 mL 锥形瓶中, 加入水 150 mL, 加硫酸溶液 (7.5.1.2.5) 10 mL 及硫酸锰 (7.5.1.2.1) 1 g, 在水浴中加热至 70 °C, 边摇动边缓缓加入高锰酸钾标准溶液 (7.5.1.2.6) 25.00 mL, 在 70 °C 水浴中放置 10 min, 用流水冷却至室温, 加碘化钾 (7.5.1.2.2) 2 g, 溶解, 摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液 (7.5.1.2.7) 滴定至淡黄色, 加淀粉溶液 (7.5.1.2.8) 2 mL, 继续滴定至蓝色消失, 即为终点, 记录硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗体积 (V_4)。

滴定度 (T) 按式 (4) 计算:

$$T = \frac{m_2}{(25 - K \times V_4) \times 100} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_2 ——无水柠檬酸的质量, 单位为克 (g);

25 ——高锰酸钾标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

K ——1 mL 硫代硫酸钠标准溶液相当的高锰酸钾标准溶液体积比值;

V_4 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

100 ——柠檬酸稀释倍数

测定结果以平行测定的算术平均值表示, 保留 3 位有效数字。

7.5.1.4.3 试样测定

平行做两份试验。称取柠檬酸钙试样约 1 g (精确至 0.0001 g) 于 100 mL 烧杯中, 加 10 mL 水并滴加盐酸溶液 (7.5.1.2.4) 至试样完全溶解, 移至 100 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 定容, 摇匀。移取试液 1.00 mL, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入水 150 mL, 加硫酸溶液 (7.5.1.2.5) 10 mL 及硫酸锰 (7.5.1.2.1) 1 g, 在水浴中加热至 70 °C, 边摇动边缓缓加入高锰酸钾标准溶液 (7.5.1.2.6) 25.00 mL, 在 70 °C 水浴中放置 10 min, 用流水冷却至室温, 加碘化钾 (7.5.1.2.2) 2 g, 溶解, 摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液 (7.5.1.2.7) 滴定至淡黄色, 加淀粉溶液 (7.5.1.2.8) 2 mL, 继续滴定至蓝色消失, 即为终点, 记录硫代硫酸钠标准滴定溶液的消耗体积 (V_5)。

7.5.1.5 试验数据处理

试样中柠檬酸含量 w_3 以质量分数计, 用百分数 (%) 表示, 按式 (5) 计算:

$$w_3 = \frac{(25 - K \times V_5) \times T \times 100}{m_3 \times (1 - w_5)} \times 100 \% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

25 ——高锰酸钾标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

K ——1 mL 硫代硫酸钠标准溶液相当的高锰酸钾溶液体积比值;

V_5 ——滴定试样溶液所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

T ——1 mL 高锰酸钾标准溶液相当的柠檬酸含量, 单位为克每毫升 (g/mL);

m_3 ——试样的质量, 单位为克 (g);

w_5 ——试样的干燥失重, 用百分数 (%) 表示;

100 ——试样稀释倍数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示, 保留 3 位有效数字。

7.5.1.6 精密度

在重复性条件下, 两次独立测定结果的绝对差值不大于 1.0%。

7.5.2 第二法 (高效液相色谱法)

7.5.2.1 原理

试样经盐酸溶解后，用高效液相色谱仪测定，外标法定量。

7.5.2.2 试剂或材料

7.5.2.2.1 水：GB/T 6682，一级。

7.5.2.2.2 乙腈：色谱纯。

7.5.2.2.3 磷酸：色谱纯。

7.5.2.2.4 盐酸溶液（6 mol/L）：盐酸+水=1+1。

7.5.2.2.5 0.1%磷酸溶液：吸取 1.00 mL 磷酸（7.5.2.2.4）于 1 000 mL 容量瓶，加水定容，摇匀。

7.5.2.2.6 柠檬酸标准储备溶液（10 mg/mL）：准确称取柠檬酸（CAS 号：77-92-9，纯度 \geq 99.0%）0.5025 g（精确至 0.000 1 g）于 50 mL 容量瓶中，用水溶解并定容。临用现配。

7.5.2.2.7 柠檬酸标准系列溶液：准确取柠檬酸标准储备溶液（7.5.2.2.6）0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL，分别置于 50 mL 容量中，用水定容，混匀，配制质量浓度分别为：0.02 mg/mL、0.05 mg/mL、0.10 mg/mL、0.20 mg/mL、0.50 mg/mL、1.00 mg/mL、2.0 mg/mL 的标准系列溶液。临用现配。

7.5.2.3 仪器设备

7.5.2.3.1 高效液相色谱仪（配有紫外检测器或二极管阵列检测器）；

7.5.2.3.2 分析天平：精度 0.000 1 g；

7.5.2.3.3 超声波清洗器；

7.5.2.3.4 微孔滤膜：孔径 0.45 μ m，水系。

7.5.2.4 试验步骤

7.5.2.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样约 1 g（精确至 0.0001 g）于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 水并滴加 2 mL 盐酸溶液（7.5.2.2.4），搅拌至试样完全溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。移取 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶，用水定容，微孔滤膜（7.5.2.3.3）过滤，滤液待测。

7.5.2.4.2 高效液相色谱参考条件

高效液相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱： C_{18} 柱，长 250 mm，内径 4.6 mm，粒度 5 μ m 或性能相当者。

b) 柱温：35 $^{\circ}$ C。

c) 流动相：乙腈（7.5.2.2.2）+ 0.1%磷酸溶液（7.5.2.2.5）= 2.5+97.5。

d) 流速：1.0 mL/min。

e) 检测波长：210 nm。

f) 进样量：20 μ L。

7.5.2.4.3 测定

7.5.2.4.3.1 标准系列溶液和试样溶液的测定

在仪器最佳条件下，分别取标准系列溶液（7.5.2.2.7）和试样溶液（7.5.2.4.1）上机测定，柠檬酸标准溶液的高效液相色谱图见附录 A。

7.5.2.4.3.2 定性

在相同条件下，以保留时间定性，试样溶液中柠檬酸的保留时间应与标准系列溶液（质量浓度相当）中柠檬酸的保留时间一致，其相对偏差在 \pm 2.5%以内。

7.5.2.4.3.3 定量

以标准系列溶液中柠檬酸的质量浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，其相关系数应不低于 0.99。试样溶液与标准系列溶液中柠檬酸的响应值均应在仪器检测的线性范围内，如超出线性范围，将试样溶液用水稀释后测定。以标准系列溶液进行多点校准。

7.5.2.4.4 试验数据处理

试样中柠檬酸含量 w_1 以质量分数计，用百分数（%）表示，按式（6）计算：

$$w_4 = \frac{\rho \times 1000}{m_4 \times (1 - w_5) \times 10^6} \times 100 \% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ρ ——由标准曲线得出的试样溶液中柠檬酸的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

1000——试样溶液体积,单位为毫升(mL);

m_4 ——试样的质量,单位为克(g);

w_5 ——试样的干燥失重,用百分数(%)表示;

10^6 ——单位换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留三位有效数字。

7.5.2.4.5 精密度

在重复性条件下,两次独立测试结果的绝对差值不大于2.0 %。

7.6 干燥失重

7.6.1 原理

常压下,四水合柠檬酸钙在150℃能完全失去水分,形成稳定的无水柠檬酸钙,当试样恒重后,根据失重量计算干燥失重。

7.6.2 仪器设备

7.6.2.1 分析天平 精度 0.0001 g。

7.6.2.2 干燥箱 控温精度 150 ℃ \pm 2 ℃。

7.6.2.3 干燥器。

7.6.3 试验步骤

平行做两份试验。称取试样约2 g(精确至0.0001 g),置于150 ℃干燥箱中,在常压下干燥4 \pm 0.1 h。盖上称量瓶盖,将称量瓶从干燥箱中取出,放在干燥器中冷却至室温,称量其质量。将试样再次放入干燥箱中干燥30 min \pm 1 min,直至连续两次称量值的变化之差小于0.002 g,以最后一次干燥称量值(m_5)计算干燥失重。

7.6.4 试验数据处理

试样干燥失重 w_5 以质量分数计,用百分数(%)表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{m_5 - m_6}{m_5} \times 100 \% \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_5 ——试样质量,单位为克(g);

m_6 ——试样干燥至恒重质量,单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留三位有效数字。

7.6.5 精密度

在重复条件下,两次独立测定结果的相对偏差不大于0.5%。

7.7 粒度

按GB/T 5917.1的规定进行。

7.8 总砷

按GB/T 13079的规定执行。

7.9 铅

按GB/T 13080的规定执行。

7.10 氟

按GB/T 13083的规定执行。

8 检验规则

8.1 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 吨。

8.2 出厂检验

每批产品应进行出厂检验，出厂检验项目为外观与性状、钙、柠檬酸钙、柠檬酸、干燥失重。

8.3 型式检验

型式检验项目为本文件第 5 章规定的所有项目。

在正常生产情况下，每半年至少进行 1 次型式检验；下列情况之一时，也应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 生产工艺、配方或主要原料有较大改变可能影响产品质量时；
- c) 停产 3 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；
- e) 饲料行政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，判定为该批产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时，应重新自同批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文件规定，则判定该批产品不合格。

8.4.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中修约值比较法执行。

9 标签、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

应符合 GB 10648 的要求。

9.2 包装

应用无毒、无害，能防雨、防潮、避光、密封的材料包装。

9.3 运输

产品在运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损，不与有毒有害物质混运。

9.4 贮存

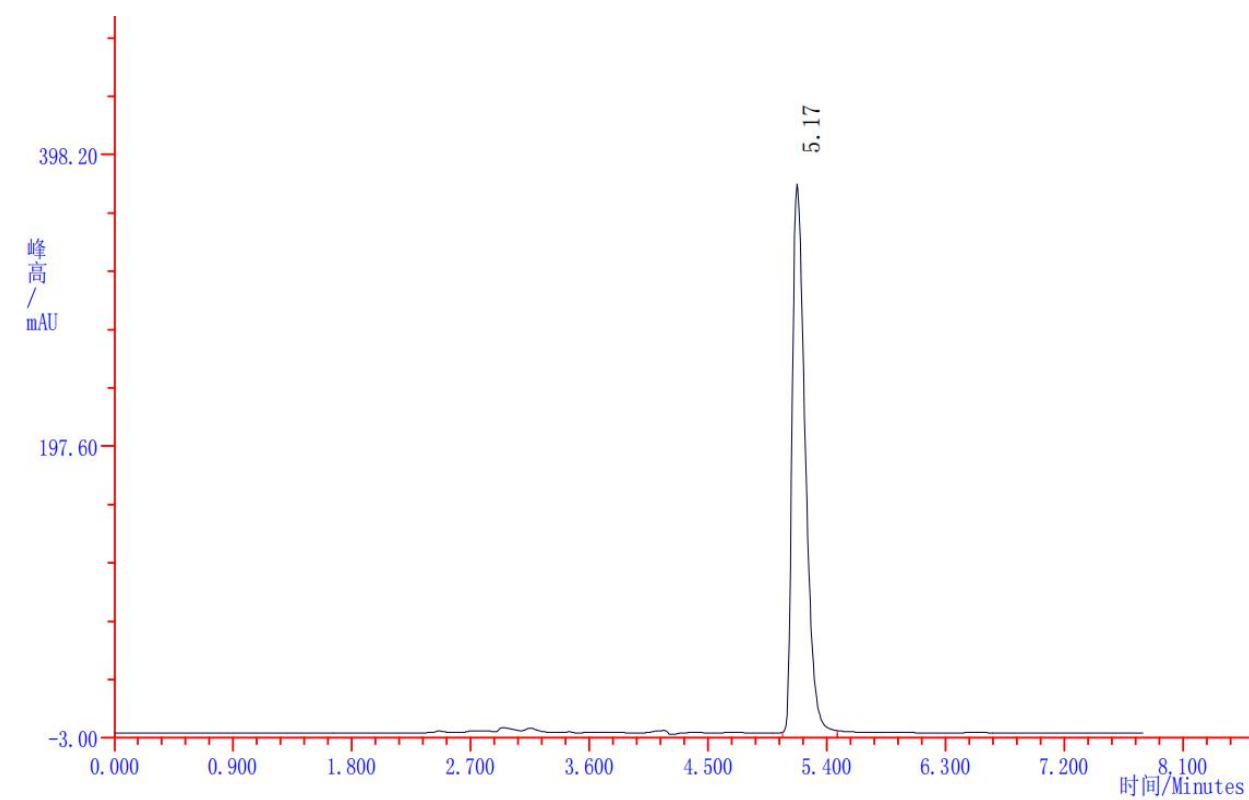
贮存于干燥、通风处，防止日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混储。

9.5 保质期

在规定的运输、贮存条件下未开启包装的产品，从生产之日起保质期为 24 个月。

附录A
(资料性)
柠檬酸标准溶液高效液相色谱图

柠檬酸标准溶液高效液相色谱图见图A.1。



图A.1 柠檬酸标准溶液（浓度为2.00 mg/mL）高效液相色谱图