

团 体 标 准

T/CFIAS 3003—2022

饲料添加剂 二甲酸钾

Feed additive — Potassium diformate

2022-04-13 发布

2022-05-13 实施

中国饲料工业协会 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。

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。

本文件由中国饲料工业协会团体标准技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量检验检测中心（北京）]、福建旭牧联生物科技有限公司、北京市兽药饲料监测中心、辽宁省农产品及兽药饲料产品检验检测院、陕西秦云农产品检验检测股份有限公司、上海天祥质量技术服务有限公司、上海安谱实验科技股份有限公司。

本文件主要起草人：樊霞、李恒章、姚婷、陈玉艳、肖志明、贾铮、邱春明、陈勇、徐思远、田静、刘晓露、汪军明、贺习文、杨诗珍、郑敏辉、江晨舟、马海建。

饲料添加剂 二甲酸钾

1 范围

本文件规定了饲料添加剂二甲酸钾的技术要求、取样、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以甲酸和氢氧化钾或甲酸钾为原料化学合成，加入适量的饲用抗结块剂制得的饲料添加剂二甲酸钾产品。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法
- 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 13081 饲料中汞的测定
- GB/T 13082 饲料中镉的测定
- GB/T 13885-2003 动物饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 14699.1 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

化学名称：二甲酸钾。又称双甲酸钾、二甲酸氢钾

分子式： $C_2H_3O_4K$

相对分子质量：130.14（按2019年国际相对原子质量）

5 技术要求

5.1 外观与性状

白色至类白色流动性结晶粉末，易吸潮，有酸味。

5.2 鉴别

应符合二甲酸钾的甲酸银镜反应、钾火焰反应的特征。

5.3 技术指标

技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 技术指标

项目	指标
二甲酸钾含量（以 $C_2H_3O_2K$ 计）/%	≥ 95.0
甲酸/%	≥ 33.2
钾/%	≥ 28.2
水分/%	≤ 1.0
pH 值（50g/L 水溶液）	4.0~4.6
砷/（mg/kg）	≤ 2
铅/（mg/kg）	≤ 20
汞/（mg/kg）	≤ 0.5
镉/（mg/kg）	≤ 2
粒度（1.700 mm 分析筛通过率）/%	≥ 90

6 取样

按 GB/T 14699.1 的规定执行。

7 试验方法

7.1 一般要求

试验中所用三氟甲烷磺酸为腐蚀性试剂，操作时应小心。溅在皮肤上，立即用水冲洗。

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所使用的标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在未注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

7.2 外观与性状

取适量试样，置于洁净白色瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态，并闻其气味。

7.3 鉴别试验

7.3.1 试剂或材料

7.3.1.1 盐酸。

7.3.1.2 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.3.1.3 银氨溶液： $c(\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{OH}) = 0.03 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2 仪器设备

7.3.2.1 分析天平：感量 1 mg。

7.3.3 试验步骤

7.3.3.1 甲酸的鉴别

称取试样约200 mg，置于10 mL试管中，加水2 mL溶解，加入氢氧化钠溶液（7.3.1.2）进行中和，加入银氨溶液（7.3.1.3），用水浴加热，可生成银镜。

7.3.3.2 钾的鉴别

取铂丝，用盐酸（7.3.1.1）浸润后，蘸取样品，在无色火焰中燃烧，隔着蓝色钴玻璃观察，火焰呈浅紫色。

7.4 二甲酸钾含量

7.4.1 原理

将试样在乙酸中溶解，在无水条件下用三氟甲烷磺酸乙酸溶液滴定，根据甲酸根的含量计算二甲酸钾含量。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 乙酸（冰醋酸）。

7.4.2.2 三氟甲烷磺酸（ $\text{CF}_3\text{SO}_3\text{H}$ ）：纯度 $\geq 98\%$ 。

7.4.2.3 结晶紫指示液，5 g/L：称取 0.5 g 结晶紫，用乙酸（7.4.2.1）溶解后，转移至 100 mL 容量瓶中，定容至刻度。

7.4.2.4 三氟甲烷磺酸乙酸标准滴定溶液： $c(\text{CF}_3\text{SO}_3\text{H}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.4.2.4.1 配制

量取 8.8 mL 三氟甲烷磺酸，在搅拌下注入 800 mL 乙酸（7.4.2.1）中，混匀，冷却后用乙酸稀释定容至 1 000 mL。

7.4.2.4.2 标定

称取约 0.75 g 于 105 °C~110 °C 的电烘箱中干燥至恒重的工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾（精确到 0.1 mg），置于干燥的锥形瓶中，加入 50 mL 乙酸（7.4.2.1），温热溶解，加 3 滴结晶紫指示液，用配制好的三氟甲烷磺酸乙酸标准溶液滴定至由紫色变为蓝色（微带紫色）。临用前标定。

三氟甲烷磺酸乙酸标准滴定溶液的浓度 c 以摩尔每升（mol/L）表示，按式（1）计算：

$$c = \frac{m \times 1000}{V \times M} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量，单位为克（g）；

V ——三氟甲烷磺酸乙酸溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）[$M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 204.22$]。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 分析天平：感量 0.01 mg。

7.4.3.2 电位滴定仪：以玻璃电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比电极，并备有磁力搅拌器和滴定装置。

7.4.4 试验步骤

平行做两份试验。准确称量 0.08 g~0.1 g 试样（精确至 0.01 mg），置于 100 mL 烧杯中，加入 50 mL 乙酸（7.4.2.1），溶解试样，将电极插入溶液中，调节搅拌速度至溶液充分涡旋，按仪器说明

书调节仪器参数，用三氟甲烷磺酸乙酸标准滴定溶液（7.4.2.4）进行电位滴定，以电位值突变作为滴定终点。如选择指示剂法，加入3滴结晶紫指示液（7.4.2.3），用三氟甲烷磺酸乙酸标准滴定溶液滴定至由紫色变为蓝色（微带紫色），并保持30 s。

将滴定的结果用空白试验校正。

7.4.5 试验数据处理

试样中二甲酸钾（ $C_2H_3O_4K$ ）含量 w_1 以质量百分数（%）表示，按式（2）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times 130.14}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_0 ——空白试验消耗三氟甲烷磺酸乙酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V ——试样消耗的三氟甲烷磺酸乙酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——三氟甲烷磺酸乙酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

130.14——二甲酸钾分子量；

m ——试样质量，单位为克（g）。

试验结果用平行测定的算术平均值表示，计算结果保留至小数点后1位。

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应不大于0.5%。

7.5 甲酸

7.5.1 原理

将试样溶解于水中，然后用氢氧化钠溶液滴定，计算甲酸含量。

7.5.2 试剂和溶液

7.5.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.5.2.2 酚酞指示液：10 g/L。

7.5.3 仪器设备

7.5.3.1 分析天平：感量0.01 mg。

7.5.3.2 电位测定仪：以玻璃电极为指示电极，饱和甘汞电极为参比电极，并备有磁力搅拌器和滴定装置。

7.5.4 试验步骤

平行做两份试验。准确称量0.08 g~0.12 g试样（精确至0.01 mg），置于100 mL烧杯中，加入50 mL水溶解，将电极插入溶液中，调节搅拌速度至溶液充分涡旋，按仪器说明书调节仪器参数，用氢氧化钠标准滴定溶液（7.5.2.1）进行电位滴定，以电位值突变作为滴定终点。如选择指示剂法，加入2滴酚酞指示液（7.5.2.2），用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，并保持30 s。

将滴定的结果用空白试验校正。

7.5.5 试验数据处理

试样中甲酸含量 w_2 以质量百分数（%）表示，按式（3）计算：

$$w_2 = \frac{(V - V_0) \times c \times 46.03}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——试样消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

46.03——甲酸分子量;

m ——试样质量,单位为克(g)。

试验结果用平行测定的算术平均值表示,计算结果保留至小数点后1位。

7.5.6 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对差值应不大于0.3%。

7.6 钾

平行做两份试验。准确称取0.5 g试样(精确至0.1 mg),按GB/T 13885-2003中“8.4 溶解”的规定进行前处理,其他步骤按GB/T 13885的规定执行。

7.7 水分

按GB/T 606的规定执行。

7.8 pH值

7.8.1 仪器设备

7.8.1.1 分析天平:感量0.1 mg。

7.8.1.2 pH计:可精确到0.01单位,具有自动温度补偿功能。

7.8.2 试验步骤

平行做两份试验。称取2.50 g试样(精确至0.1 mg),置于50 mL容量瓶中,加水溶解,稀释至刻度。将溶液倒入烧杯中,用pH计进行测定。

7.8.3 试验数据处理

试验结果用平行测定的算术平均值表示,计算结果保留至小数点后2位。

7.8.4 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对差值应不大于0.05。

7.9 砷

按照GB/T 13079的规定执行。

7.10 铅

按照GB/T 13080的规定执行。

7.11 汞

按照GB/T 13081的规定执行。

7.12 镉

按照 GB/T 13082 的规定执行。

7.13 粒度

7.13.1 仪器设备

7.13.1.1 分析天平：感量 0.1 mg。

7.13.1.2 振动筛：孔径为 1.700 mm 的标准筛。

7.13.2 试验步骤

平行做两份试验。称取试样 50 g（精确至 0.1 mg），倾入 1.700 mm 分析筛上，使用振动筛振摇 3 min ~5 min，取筛下物称量。

7.13.3 试验数据处理

1.700 mm 分析筛通过率 X_3 以质量百分数（%）表示，按式（4）计算：

$$X_3 = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式（4）中：

m_1 ——筛下的试样质量，单位为克（g）；

m_2 ——试样质量，单位为克（g）。

试验结果用平行测定的算术平均值表示，计算结果保留至小数点后 1 位。

7.13.4 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值应不大于 1%。

8 检验规则

8.1 组批

以相同材料、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，但每批产品不得超过 60 t。

8.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、二甲酸钾含量。

8.3 型式检验

型式检验项目为第 5 章的全部要求。在正常生产情况下，每半年至少进行一次型式检验，但有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产时；
- b) 原料、设备、加工工艺有较大改变时；
- c) 产品停产 3 个月以上，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) 当饲料管理部门提出进行型式检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所验项目全部合格，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本文件规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检。复检结果有一项指标不符合本文件规定，即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

按GB 10648执行。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

9.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，不应与有毒有害物质共运。

9.4 贮存

应贮存在干燥、清洁的室内仓库中，防止日晒、雨淋，防止污染，不应与有毒有害物质混贮。

9.5 保质期

未开启包装的产品，在本文件规定的运输、贮存条件下，原包装自生产之日起的保质期为12个月。

