

## 前 言

本行业标准非等效采用日本饲料安全法令中“磷酸二氢钾”产品规格而制定。

本标准技术指标项目等同采用日本饲料安全法令，但该产品规格结合国情，氯化物、硫酸盐和砷指标参数适当放宽。在分析方法上，主含量测定等效采用国际 ISO 3706：1976《工业用磷酸（包括食品） 磷（V）氧化物总含量测定 磷钼酸喹啉重量法》，其它项目的测定采用国家标准通用方法，分析方法科学、准确、先进。本标准达到国际一般水平。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准负责起草单位：化工部天津化工研究院、成都化工股份有限公司、江苏北方氯碱集团公司徐州东方化工厂。

本标准主要起草人：李光明、陆思伟、王友琨、张美荣、饶旭光。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

饲料级 磷酸二氢钾

HG 2860—1997

Feed grade potassium dihydrogenphosphate

1 范围

本标准规定了饲料级 磷酸二氢钾的要求、试验方法，检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于饲料级 磷酸二氢钾。该产品在饲料加工中作营养补充剂。

分子式： $\text{KH}_2\text{PO}_4$

相对分子质量：136.09（按1993年国际相对原子质量）

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备 (neq ISO 6353/1:1982)

GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备 (neq ISO 6353/1:1982)

GB/T 610.1—88 化学试剂 磷测定通用方法 (磷斑法)

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法 (eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8946—88 塑料编织袋

GB/T 9735—88 化学试剂 重金属测定通用方法

GB 10648—93 饲料标签

GB 13078—91 饲料卫生标准

3 要求

3.1 外观：白色或微黄色粉末。

3.2 饲料级 磷酸二氢钾应符合下表要求。

表1 要求

项 目	指 标	%
磷酸二氢钾 (KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> 以干基计) 含量	>	98.0
(以P计)	>	22.3
(以K计)	>	28
水分	≤	0.5
氯化物 (以Cl计) 含量	≤	1.0
硫酸盐 (以SO <sub>4</sub> 计) 含量	≤	0.1
砷 (As) 含量	≤	0.001
重金属 (以Pb计) 含量	≤	0.002

#### 4 试验方法

本标准所用试剂和水, 在没有注明其它要求时, 均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其它要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

##### 4.1 鉴别试验

##### 4.1.1 钾离子的鉴别

称取 0.5 g 试样, 加 20 mL 水溶解, 取铂丝用盐酸润湿后于无色火焰上燃烧至无色, 再蘸取试样溶液在无色火焰烧应呈紫色。

##### 4.1.2 磷酸根的鉴别

取上述 5 mL 试验溶液, 加几滴硝酸银溶液 (17 g/L) 即生成浅黄色沉淀, 沉淀在氨水溶液或硝酸溶液中易溶解。

##### 4.2 磷酸二氢钾含量的测定

##### 4.2.1 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形成沉淀, 过滤、干燥、称量, 计算出磷酸二氢钾含量。

##### 4.2.2 试剂和材料

##### 4.2.2.1 盐酸溶液: 1+1;

##### 4.2.2.2 硝酸溶液: 1+1;

##### 4.2.2.3 喹钼柠酮溶液:

制备:

a. 称取 70 g 钼酸钠溶解于 100 mL 水中;

b. 称取 60 g 柠檬酸溶解于 150 mL 水和 85 mL 硝酸中;

c. 在搅拌下将溶液 a 倒入溶液 b 中;

d. 在 100 mL 水中加入 35 mL 硝酸和 5 mL 喹啉;

e. 将溶液 d 倒入溶液 c 中, 放置 12 h 后, 用玻璃砂坩埚过滤, 再加入 280 mL 丙酮, 用水稀释至 1000 mL, 混匀, 并贮存于聚乙烯瓶中。

##### 4.2.3 仪器、设备

4.2.3.1 玻璃砂坩埚：孔径为 5~15 μm；

4.2.3.2 电烘箱：温度能控制在 180±5℃。

#### 4.2.4 分析步骤

##### 4.2.4.1 试验溶液的制备

称取预先在 105~110℃ 下干燥 2 h 后的 1 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 100 mL 烧杯中，加入 50 mL 水溶解，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

##### 4.2.4.2 试验空白溶液的制备

除不加试样外，其它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。

##### 4.2.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液和试验空白溶液分别置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸溶液，加水至总体积约 100 mL，加入 50 mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，在水浴中加热至烧杯内的物质达到 75±5℃，保温 30 s（在加入试剂和加热过程中，不得使用明火，不得搅拌，以免凝结成块）。冷却，在冷却过程中搅拌 3~4 次，用预先在 180±5℃ 下烘干至恒重的玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤，倾泄法用洗瓶冲洗沉淀 6 次，每次用水约 30 mL，最后将沉淀移入玻璃砂坩埚中过滤，再用水洗涤沉淀 4 次，将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电烘箱中从温度稳定时计时，在 180±5℃ 下干燥 45 min，取出稍冷后，置于干燥器中冷却至室温，称量。

##### 4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示磷酸二氢钾（以  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  计）含量（ $X_1$ ）按式（1）计算：

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0615}{m \times \frac{10}{250}} \times 100$$

$$= \frac{153.75 \times (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (1)$$

$$X_2 = 0.2276X_1 \dots\dots\dots (2)$$

$$X_3 = 0.2873X_1 \dots\dots\dots (3)$$

式中： $m_1$ ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量，g；

$m_2$ ——试验空白溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量，g；

$m$ ——试料的质量，g；

$X_2$ ——以质量百分数表示的磷酸二氢钾（以 P 计）含量；

$X_3$ ——以质量百分数表示的磷酸二氢钾（以 K 计）含量；

0.0615——磷钼酸喹啉沉淀换算成磷酸二氢钾质量的系数；

0.2276——磷酸二氢钾换算成磷质量的系数；

0.2873——磷酸二氢钾换算成钾质量的系数。

##### 4.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

#### 4.3 水分测定

##### 4.3.1 方法提要

在一定温度下，将试样烘干至恒重，以试样减少的质量，计算出水分。

##### 4.3.2 分析步骤

称取 5 g 试样（精确至 0.001 g），置于预先在 105~110℃ 下烘干至恒重的称量瓶中，将称量瓶放

置于 105~110℃ 烘箱中，烘至恒重。

#### 4.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分  $X_4$  按式 (4) 计算：

$$X_4 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中： $m_1$ ——干燥后试料的质量，g；

$m$ ——试料的质量，g。

#### 4.3.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

### 4.4 氯化物含量的测定

#### 4.4.1 方法提要

在酸性介质中，试验溶液中的氯化物与硝酸银作用，生成难溶的氯化银，当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银呈悬浮体，使溶液混浊，再与氯化银标准比浊溶液比较，确定试样中氯化物含量。

#### 4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 硝酸银溶液：17 g/mL；

4.4.2.2 硝酸溶液：1+6；

4.4.2.3 氯化物标准溶液：1 mL 含 0.01 mg Cl。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用前配制。

#### 4.4.3 分析步骤

##### 4.4.3.1 试验溶液的制备

称取 0.01 g 试样（精确至 0.001 g），置于烧杯中，加 50 mL 水溶解，加 20 mL 硝酸溶液，并转移到 100 mL 容量瓶中，摇匀。当溶液混浊时，进行干过滤。

##### 4.4.3.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液，置于 25 mL 比色管中，加 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻

用移液管移取 10 mL 试验溶液置于 50 mL 比色管中，加 5 mL 氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min 后，试验溶液的混浊不应大于硫酸盐标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 1 mL 硫酸盐标准溶液，与试样溶液同时同样处理。

#### 4.6 砷含量的测定

称取 0.10 g 试样（精确至 0.01 g），置于 100 mL 烧杯中，加 5 mL 盐酸溶液（1+1），加热溶解后，加入 40 mL 水，按 GB/T 610.1 的第 6 章操作。其试样的砷斑颜色不得深于标准。

标准比色溶液是用移液管移取 1 mL 砷标准溶液（1 mL 溶液含有 1  $\mu\text{g}$  As）与试样同时同样处理。

#### 4.7 重金属含量的测定

##### 4.7.1 方法提要

见 GB/T 9735 第 3 章。

##### 4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸溶液：1+1；

4.7.2.2 氨水溶液：2+3；

4.7.2.3 冰乙酸溶液：1+2；

4.7.2.4 饱和硫化氢水：使用前制备；

4.7.2.5 酚酞指示液：10 g/L；

4.7.2.6 铅标准溶液：1 mL 含 0.01 mg Pb。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用前配制。

##### 4.7.3 分析步骤

###### 4.7.3.1 试验溶液的制备

称取 1.00 g 试样（精确至 0.01 g），置于 100 mL 烧杯中，加 20 mL 水和 5 mL 盐酸溶液，加热溶解后，加一滴酚酞指示液，用氨水溶液调节至溶液呈中性。

###### 4.7.3.2 测定

将试验溶液全部转移至 50 mL 比色管中，加入 0.5 mL 冰乙酸溶液，加 40 mL 水，加入 10 mL 饱和硫化氢水，摇匀。于暗处放置 10 min，试验溶液の色度不得深于铅标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 2 mL 铅标准溶液，与试样同时同样处理。

## 5 检验规则

5.1 饲料级 磷酸二氢钾应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验，生产厂应保证所有出厂的饲料级 磷酸二氢钾都符合本标准的要求。每批出厂的饲料级 磷酸二氢钾都应附有质量证明书，内容同 GB 10648 的规定。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的饲料级 磷酸二氢钾产品进行验收。

5.3 每批产品不超过 10 t。

5.4 按照 GB/T 6678 的 6.6 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样，将采得的样品充分混匀后，按四分法缩分至约 500 g，立即分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存三个月备查。

5.5 检验结果如有一项指标不符合标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行核验，核验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品为不合格。

## 6 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 饲料级 磷酸二氢钾包装袋上应有牢固清晰的标志，内容同 GB 10648 的规定。
- 6.2 饲料级 磷酸二氢钾采用双层包装。内包装采用一层聚乙烯塑料薄膜袋，厚度不小于 0.06 mm。外包装采用聚乙烯塑料编织袋。其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 的 B 型的规定。该产品每袋净重 25 kg。
- 6.3 饲料级 磷酸二氢钾的包装，内袋用维尼龙绳或其质量相当的绳人工扎口，或用与其相当的其它方式封口；外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边，在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其它质量相当的线缝口，针距 7~12 mm，缝线整齐，针距均匀，无漏缝和跳线现象。
- 6.4 饲料级 磷酸二氢钾在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮，不得与有毒有害物品混运。
- 6.5 饲料级 磷酸二氢钾应贮存在阴凉、干燥处，防止雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混贮。
- 6.6 饲料级 磷酸二氢钾在符合本标准包装、运输和贮存的条件下，该产品从出厂之日起，保质期为 12 个月。
-