



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—2013

饲料添加剂 磷酸二氢钾

Feed additive—Potassium dihydrogen phosphate

(报批稿)

2013 - XX - XX 发布

2013 - XX - XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第1章、第3章和第5章为强制性的，其余为推荐性的。

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）提出并归口。

本标准起草单位：四川省饲料工作总站、中国饲料工业协会、中海油天津化工研究设计院和成都蜀星饲料有限公司。

本标准主要起草人：张静、王琪、王韶辉、于福清、李光明、程传明、廖峰、李云、王宇萍、柏凡。

饲料添加剂 磷酸二氢钾

1 范围

本标准规定了饲料添加剂磷酸二氢钾的要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于热法磷酸法和湿法磷酸法生产的饲料添加剂磷酸二氢钾。

分子式： KH_2PO_4

相对分子质量：136.08（按2007年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079-2006 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 13083-2002 饲料中氟的测定 离子选择电极法

GB/T 13088 饲料中铬的测定

GB/T 14699.1 饲料采样

GB 25560-2010 食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸二氢钾

3 要求

3.1 外观和性状

白色粉末或结晶状颗粒，无臭，溶于水。

3.2 技术指标

技术指标应符合表1的规定。

表1 技术指标

项 目	指 标
磷酸二氢钾 (KH ₂ PO ₄) (以干基计) /%	≥ 98.0
磷酸二氢钾 (以 P 计) (以干基计) /%	≥ 22.3
磷酸二氢钾 (以 K 计) (以干基计) /%	28.0~32.0
氟 (F) / (mg/kg)	≤ 200
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 30
砷 (As) / (mg/kg)	≤ 10
铬 (Cr) / (mg/kg)	≤ 30
硫酸盐 (以 SO ₄ ²⁻ 计) /%	≤ 0.5
干燥减量 /%	≤ 0.5
水不溶物 /%	≤ 0.2

4 试验方法

本标准的检验方法所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的三级水。原子吸收光谱法分析中所用试剂均为优级纯, 水符合GB/T 6682规定的一级水的要求。

4.1 感官检验

采用目测及嗅觉检验产品外观和气味。

4.2 鉴别试验

4.2.1 试剂和材料

4.2.1.1 冰乙酸

4.2.1.2 氨水溶液: 氨水+水=2+3。

4.2.1.3 硝酸溶液: 硝酸+水=1+8。

4.2.1.4 硝酸银溶液 (17 g/L): 称取 1.7 g 硝酸银, 加入水 100 mL 溶解。

4.2.2 分析步骤

4.2.2.1 磷酸根的鉴别

称取试料1.0 g, 溶于 20 mL水中, 加硝酸银溶液 (4.2.1.4), 生成黄色沉淀, 此沉淀溶于过量氨水溶液 (4.2.1.2) 或硝酸溶液 (4.2.1.3)。

4.2.2.2 钾离子的鉴别

称取试料1.0 g, 加20mL水溶解。用铂丝环蘸盐酸, 在火焰上燃烧至无色。再蘸取试验溶液在火焰上燃烧, 用钴玻璃观看火焰应呈紫色。

4.3 磷酸二氢钾的测定

4.3.1 原理

在酸性介质中,以喹钼柠酮为沉淀剂将试料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,计算得出试料中磷酸二氢钾的含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 钼酸钠。

4.3.2.2 柠檬酸。

4.3.2.3 硝酸溶液: 硝酸+水=1+1。

4.3.2.4 喹啉。

4.3.2.5 丙酮。

4.3.2.6 喹钼柠酮溶液的配置

称取70 g钼酸钠(4.3.2.1)溶解于100mL水中(溶液a);称取60 g柠檬酸(4.3.2.2)溶解于150 mL水和85 mL硝酸(4.3.2.3)中(溶液b);在搅拌下将溶液a倒入溶液b中(溶液c);在100mL水中加入35 mL硝酸(4.3.2.3)和5mL喹啉(4.3.2.4)(溶液d);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(4.3.2.5),用水稀释至1000 mL,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

4.3.3 仪器和设备

4.3.3.1 玻璃砂坩埚: 孔径 5 μm ~15 μm 。

4.3.3.2 电热恒温干燥箱。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 试验溶液的制备

称取预先在105℃下干燥4 h后的试料1 g(精确至0.0001 g)置于50 mL烧杯中,用水溶解,并转移到250 mL容量瓶中,定容,摇匀。

4.3.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试料外,其他按4.3.4.1处理。

4.3.4.3 测定

用移液管移取10mL试验溶液(4.3.4.1)和空白试验溶液(4.3.4.2)分别置于250 mL烧杯中,加10mL硝酸溶液(4.3.2.3),加水至总体积约100mL,加入50mL喹钼柠酮溶液(4.3.2.6),盖上表面皿,在(75 \pm 5)℃水浴中加热保温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次~4次,用预先在(180 \pm 2)℃下干燥45min的玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤,以倾析法用洗瓶冲洗沉淀5次~6次,每次用水约30mL,最后将沉淀移入玻璃砂坩埚中,用水洗涤沉淀3次~4次。将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电热恒温干燥箱中,在(180 \pm 2)℃下干燥45 min或(250 \pm 10)℃下干燥15 min。取出,置于干燥器中冷却至室温,称量,精确至0.0001 g。

4.3.5 结果计算与表示

磷酸二氢钾含量以磷酸二氢钾 [KH_2PO_4] 的质量分数 X_1 计, 数值以%表示, 按公式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0615}{m \times (10/250)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

磷酸二氢钾含量以磷 (P) 质量分数 X_2 计, 数值以%表示, 按公式 (2) 计算:

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

式中:

m ——试料的质量, 单位为克 (g);

m_1 ——试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量, 单位为克 (g);

m_2 ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量, 单位为克 (g);

0.0615——磷钼酸喹啉沉淀换算成磷酸二氢钾的系数;

0.2276——磷钼酸喹啉沉淀换算成磷酸二氢钾磷的系数。

两个平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%, 以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 结果保留至小数点后一位。

4.4 钾含量的测定

4.4.1 原理

在弱碱性介质中, 以四苯基合硼酸钠溶液沉淀试验溶液中的钾离子。为了防止铵离子和其他阳离子干扰, 可预先加入适量的甲醛溶液及乙二胺四乙酸二钠盐 (EDTA) 使铵离子与甲醛反应生成六亚甲基四胺, 其他阳离子与乙二胺四乙酸二钠络合。将沉淀过滤、干燥及称重。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 六水氯化镁溶液: 称取 15 g 六水氯化镁, 加入水 1000 mL 溶解。

4.4.2.2 四苯基合硼酸钠洗涤液: 称取 1.5 g 四苯基合硼酸钠, 加入水 1000 mL 溶解。

4.4.2.3 乙二胺四乙酸二钠盐 (EDTA): 称取 40 g 乙二胺四乙酸二钠盐 (EDTA), 加入水 1000 mL 溶解。

4.4.2.4 氢氧化钠溶液: 称取 40 g 氢氧化钠, 加入水 100 mL 溶解。

4.4.2.5 甲醛: 含量约 30%或 36%分析纯甲醛。

4.4.2.6 酚酞指示液: 称取 1 g 酚酞, 加入乙醇 100 mL 溶解。

4.4.2.7 四苯基合硼酸钠溶液: 15 g/L

取 15 g 四苯基合硼酸钠溶解于约 960 mL 水中, 加入 4 mL 氢氧化钠溶液 (4.4.2.4) 和 20 mL 六水氯化镁溶液 (4.4.2.1) 100 mL, 搅拌 15 min, 静置后用滤纸过滤, 该溶液贮存在棕色瓶或塑料瓶中, 一般不超过一个月。如发现浑浊, 使用前应过滤。

4.4.3 仪器和设备

4.4.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm~15 μm。

4.4.3.2 电热恒温干燥箱。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 试验溶液的制备

称取预先在105℃下干燥4h后的试料1g（精确到0.0001g）置于250mL锥形瓶中，加约150mL水，加热煮沸30min，冷却，定量转移到250mL容量瓶中，定容，摇匀。

4.4.4.2 空白试验溶液

除不加试料外，其他按4.4.4.1处理。

4.4.4.3 测定

吸取25mL试验溶液（4.4.4.1）和空白试验溶液（4.4.4.2），分别置入250mL烧杯中，加EDTA溶液20mL（4.4.2.3）（含阳离子较多时可加40mL），加2滴酚酞指示液，滴加氢氧化钠溶液（4.4.2.4），至溶液红色出现时，再过量1mL，加甲醛溶液（4.4.2.5）（按1mg氮加约60mg甲醛计算，即37%甲醛溶液加0.15mL），若红色消失，用氢氧化钠溶液（4.4.2.4）调至红色，在通风柜内加热煮沸15min，然后冷却，若红色消失，再用氢氧化钠溶液（4.4.2.4）调至红色。

在不停搅拌时，将四苯基合硼酸钠溶液（4.4.2.7）逐滴加入试料液中，加入量为每含1mg氧化钾加四苯基合硼酸钠溶液（4.4.2.4）0.5mL，并过量约7mL，继续搅拌1min，静置15min，用倾滤法将沉淀过滤于120℃下预先质量恒定的玻璃砂坩埚内，用四苯基合硼酸钠洗涤溶液（4.4.2.2）洗涤沉淀和烧杯5次~7次，每次用量约5mL，先后总量不超过40mL。最后用水洗涤沉淀2次，每次用量为5mL。将盛有沉淀的玻璃砂坩埚置于（120±5）℃电热恒温干燥箱中，干燥1.5h，然后取出，放入干燥器内冷却至室温，称量，精确至0.0001g。

4.4.5 结果计算与表示

磷酸二氢钾含量以钾（K）的质量分数 X_3 计，数值以%表示，按照公式（3）计算：

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1091}{m \times 25 / 250} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中：

m ——试料的质量，单位为克（g）；

m_1 ——试验溶液生成四苯基合硼酸钾沉淀的质量，单位为克（g）；

m_2 ——空白试验溶液生成四苯基合硼酸钾沉淀的质量，单位为克（g）；

0.1091——四苯基合硼酸钾质量换算为钾的系数。

两个平行测定结果的绝对差值不大于0.3%，以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留至小数点后一位。

4.5 氟含量测定

称取试料 1 g~2 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 20mL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。

4.6 铅含量的测定

按GB/T 13080测定。

4.7 砷含量的测定

按GB/T 13079-2006中5测定。

4.8 铬含量的测定

按GB/T13088测定。。

4.9 硫酸盐的测定

4.9.1 试剂和材料

4.9.1.1 盐酸溶液: 盐酸+水=1+1。

4.9.1.2 氯化钡溶液 (122 g/L): 称取 12.2 g 氯化钡, 加入水 100 mL 溶解。

4.9.1.3 硝酸银溶液 (17 g/L): 称取 1.7 g 硝酸银, 加入水 100 mL 溶解。

4.9.2 仪器和设备

4.9.2.1 玻璃砂坩埚: 孔径 5 μm~15 μm。

4.9.2.2 水浴锅。

4.9.2.3 电热干燥箱。

4.9.3 分析步骤

称取试料0.5~2.0 g (精确至0.0001 g), 加10mL盐酸溶液 (4.9.1.1) 加热溶解, 定容于250mL容量瓶, 用慢速滤纸 (定性) 过滤。精密吸取20mL滤液, 置于250 mL烧杯中。加入2滴甲基橙指示液, 滴加盐酸溶液 (4.9.1.1) 至红色并过量2 mL, 加水至总体积为200mL。煮沸5 min, 搅拌下缓慢加入10mL热的 (约80 °C) 氯化钡 (4.9.1.2) 溶液, 于 (80±5) °C水浴中放置2h。用已于 (105±2) °C干燥恒重的玻璃砂坩埚过滤。用水洗涤沉淀, 直至滤液中无氯离子为止, (检验方法: 取5 mL洗涤液, 加5 mL硝酸银溶液 (4.9.1.3) 混匀, 放置5 min不出现浑浊)。将玻璃砂坩埚及沉淀在 (105±2) °C下干燥至恒重, 称量。

4.9.4 结果计算与表示

硫酸盐含量以 (以 SO_4^{2-} 计) 质量分数 X_4 计, 数值以%表示, 计算公式 (4) 如下:

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.4116}{m \times (V_1 / V_2)} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

式中:

- m ——试料的质量，单位为克（g）；
 m_1 ——坩埚式过滤器和沉淀的质量，单位为克（g）；
 m_2 ——坩埚式过滤器的质量，单位为克（g）；
 V_1 ——所取试料分解液的体积，单位为毫升（mL）；
 V_2 ——试料分解液定容体积，单位为毫升（mL）；
0.4116——硫酸钡沉淀换算成 SO_4^{2-} 的系数。

两个平行测定结果的绝对差值不大于0.3%，以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果结果保留至小数点后一位。。

4.10 干燥减量的测定

按GB 25560-2010中附录A中A.11规定方法测定。

4.11 水不溶物含量的测定

按GB 25560-2010中附录A中A.5规定方法测定。

5 检验规则

5.1 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10 t。

5.2 采样

按GB/T 14699.1的规定进行采样。

5.3 出厂检验

表1所列项目中，钾、磷、氟和干燥减量为出厂检验项目。

5.4 型式检验

型式检验项目为第3章的全部要求。产品正常生产时，每半年至少进行一次型式检验，但有下列情况之一时，亦进行型式检验：

- a) 产品定型时；
- b) 生产工艺或原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产三个月以上，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。

5.5 判定规则

检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新自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标准的要求时，则整批产品为不合格。

6 标签、包装、运输和贮存

6.1 标签

按GB 10648执行。

6.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

6.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质共运。

6.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混储。

7 保质期

在规定的运输、贮存条件下，保质期为12个月。
