ICS 65.120
B 46

中华人民共和国国家标准

GB 34458—2017

饲料添加剂　磷酸氢二钾

Feed additive—Dipotassium hydrogen phosphate

2017-10-14 发布　　2018-05-01 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

手机发送防伪码至13720082315
网站www.cnfw315.com
电话4006982315
刮涂层 查真伪

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。

本标准主要起草人：王宇萍、黄李蓉、刘彬、赵立军、冯娅、李胜、张静、柏凡、李云。

饲料添加剂　磷酸氢二钾

1　范围

本标准规定了饲料添加剂磷酸氢二钾的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于热法磷酸法生产的饲料添加剂磷酸氢二钾。

分子式：K_2HPO_4

相对分子质量：174.17(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 25561—2010　食品安全国家标准　食品添加剂　磷酸氢二钾

3　要求

3.1　外观和性状

白色粉末或结晶状颗粒，易溶于水。

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
磷酸氢二钾(K_2HPO_4)(以干基计)/%	≥	98.0
磷酸氢二钾(以 P 计)(以干基计)/%	≥	17.0
磷酸氢二钾(以 K 计)(以干基计)/%	≥	36.0
氟(F)/(mg/kg)	≤	200
铅(Pb)/(mg/kg)	≤	30

表 1（续）

项　目		指　标
砷(As)/(mg/kg)	≤	10
铬(Cr)/(mg/kg)	≤	30
干燥减量/%	≤	2.0
水不溶物/%	≤	0.20

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 20 mL 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　磷酸氢二钾的测定

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氢二钾的含量。

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 喹钼柠酮溶液的配制：称取 70 g 钼酸钠(4.3.2.1)溶解于 100 mL 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 100 mL 水中加入 35 mL 硝酸(4.3.2.3)和 5 mL 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 1 000 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

称取在 105 ℃下干燥 4 h 后的试料 1 g(精确至 0.000 1 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 10 mL 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 10 mL 硝酸溶液(4.3.2.3)，加水至总体积约 100 mL，加入 50 mL 喹钼柠酮溶液(4.3.2.6)，盖上表面皿，在(75±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±2)℃下干燥 45 min 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 30 mL，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±5)℃下干燥 45 min 或(250±10)℃下干燥 15 min。取出，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至 0.000 1 g。

4.3.5 结果计算与表示

磷酸氢二钾含量以磷酸氢二钾(KH_2PO_4)的质量分数 X_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.078\ 7}{m \times (10/250)} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

磷酸氢二钾磷含量以 X_2 计，数值以%表示，按照式(2)计算：

$$X_2 = 0.177\ 9 \times X_1 \quad \cdots\cdots(2)$$

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)；

0.078 7 ——磷钼酸喹啉沉淀换算成磷酸氢二钾(K_2HPO_4)的系数；

0.177 9 ——磷酸氢二钾(K_2HPO_4)换算成磷的系数。

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1 000 mL溶解。

4.4.2.2 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1 000 mL溶解。

4.4.2.3 氢氧化钠溶液：称取400 g氢氧化钠，加入水100 mL溶解。

4.4.2.4 甲醛：含量约30%或36%分析纯甲醛。

4.4.2.5 酚酞指示液：称取1 g酚酞，加入乙醇100 mL溶解。

4.4.2.6 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1 000 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(4.4.2.3)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：滤板孔径约为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

称取在105 ℃下干燥4 h后的试料1 g(精确到0.000 1 g)，置于250 mL锥形瓶中，加约150 mL水，加热煮沸30 min，冷却，定量转移到250 mL容量瓶中，定容，混匀。

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25 mL试验溶液(4.4.4.1)和空白试验溶液(4.4.4.2)，分别置入250 mL烧杯中，加20 mL EDTA溶液(4.4.2.2)(含阳离子较多时可加40 mL)，加2滴酚酞指示液，滴加氢氧化钠溶液(4.4.2.3)，至溶液红色再过量1 mL，加甲醛溶液(4.4.2.4)(按1 mg氮加约60 mg甲醛计算，即37%甲醛溶液加0.15 mL)，若红色消失，用氢氧化钠溶液(4.4.2.3)调至红色，加热煮沸15 min，冷却，若红色消失，再用氢氧化钠溶液(4.4.2.3)调至红色。

在不停搅拌下，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1 mg氧化钾加0.5 mL四苯基合硼酸钠溶液(4.4.2.7)，并过量约7 mL，继续搅拌1 min，静置15 min，用倾滤法将沉淀过滤于120 ℃下干燥恒重的玻璃砂坩埚内，用四苯基合硼酸钠洗涤溶液(4.4.2.6)洗涤沉淀和烧杯5次～

7 次，每次用量约 5 mL，先后总量不超过 40 mL。最后用水洗涤沉淀 2 次，每次用量为 5 mL。将盛有沉淀的玻璃砂坩埚置于(120±5)℃干燥 90 min，取出，放入干燥器内冷却至室温，称量，精确至 0.000 1 g。

4.4.5 结果计算与表示

磷酸氢二钾含量以钾(K)的质量分数 X_3 计，数值以%表示，按照式(3)计算：

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.109\ 1}{m \times 25/250} \times 100 \quad \cdots\cdots (3)$$

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)；

0.109 1——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 0.000 1 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 20 mL 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 中第 5 章测定。

4.8 铬含量的测定

按 GB/T 13088 测定。

4.9 干燥减量的测定

按 GB 25561—2010 中附录 A 中 A.11 进行测定。

4.10 水不溶物含量的测定

按 GB 25561—2010 中附录 A 中 A.5 规定的方法测定。

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、干燥减量和氟为出厂检验项目。

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贮。

7 保质期

在规定的运输、贮存条件下，保质期为 12 个。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料添加剂 磷酸氢二钾
GB 34458—2017
*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2017年10月第一版 2017年10月第一次印刷
*
书号:155066·1-50415 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

GB 34458-2017