

ICS 65.120
B 46
备案号:34578—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2860—2011
代替 HG/T 2860—1997

饲料级 磷酸二氢钾

Feed grade potassium dihydrogenphosphate

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG 2860—1997《饲料级 磷酸二氢钾》，与 HG 2860—1997 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了硫酸盐指标参数，由“不大于 0.1 %”改为“不大于 0.5 %”（见 4.2, 1997 年版的 3.2）；
- 增加了钾含量的测定方法（见 5.6）；
- 增加了氟化物含量的测定方法（见 5.12）。

本标准由国家石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会归口（SAC/TC63/SC1）。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、四川川恒化工股份有限公司、成都化工股份有限公司。

本标准主要起草人：李光明、陈文静、汪琪。

饲料级 磷酸二氢钾

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、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于饲料级磷酸二氢钾。该产品在饲料中作营养补充剂。

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648 饲料标签

GB/T 13083—2002 饲料中氟的测定 离子选择性电极法

GB/T 23947.2—2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第2部分:砷斑法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第一部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第二部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第三部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

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)

4 要求

4.1 外观:白色结晶或微黄色结晶。

4.2 饲料级磷酸二氢钾应符合表1技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标
磷酸二氢钾(KH_2PO_4)(以干基计) $w/\%$	\geq 98.0
(以P计) $w/\%$	\geq 22.3
钾(以K计)(以干基计) $w/\%$	\geq 28
水分 $w/\%$	\leq 0.5
氯化物(以Cl计) $w/\%$	\leq 1.0
硫酸盐(以 SO_4 计) $w/\%$	\leq 0.5
砷(As) $w/\%$	\leq 0.001
重金属(以Pb计) $w/\%$	\leq 0.002
氟化物(以F计) $w/\%$	\leq 0.18

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。挥发性有机溶剂大部分有害人体健康且易燃,操作时应在通风橱中进行,并防止与明火接触。

5.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 2008 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,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

5.3 鉴别试验

5.3.1 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上烧应呈紫色。

5.3.2 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(1+1)或硝酸溶液(1+1)中易溶解。

5.4 外观判别

在自然光条件下,用目视法进行判别。

5.5 磷酸二氢钾含量的测定

5.5.1 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。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.5.2.2 硝酸溶液:1+1。

5.5.2.3 喹钼柠酮溶液。

5.5.3 仪器、设备

5.5.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

5.5.3.2 电热恒温干燥箱:温度控制在 $105\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 和 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 试验溶液的制备

称取预先在 $105\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 下干燥 2 h 后的试样约 1.2 g,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。

5.5.4.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液和 10 mL 水分别置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,加水至总体积约 100 mL,盖上表面皿,加热煮沸 5 min 后,冷却过程中(溶液的温度在 $75\ ^\circ\text{C}$ 左右),加入 50 mL 喹钼柠酮溶液(在加入试剂和加热过程中,不得使用明火,不得搅拌,以免凝块)。冷却,在冷却过程中搅拌 3 次~4 次,用预先在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤,以倾析法用洗瓶冲洗沉淀 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热恒温干燥箱中,从温度稳定时计时,在 $180\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 下干燥 45 min,取出稍冷后,置于干燥器中冷却至室温,称量。

5.5.5 结果计算

磷酸二氢钾含量以磷酸二氢钾(KH_2PO_4)质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0615}{m \times 10/250} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

磷酸二氢钾含量以磷(P)质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = 0.2276w_1 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值,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的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

0.0615——磷钼酸喹啉换算成磷酸二氢钾的系数;

0.2276——磷酸二氢钾换算成磷的质量的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

5.6 钾含量的测定

5.6.1 方法提要

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。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 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4 mL氢氧化钠溶液(5.6.2.4)和20 mL六水氯化镁溶液100 g/L,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。

5.6.2.2 四苯基合硼酸钠洗涤液:1.5 g/L。

5.6.2.3 乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA):40 g/L溶液。

5.6.2.4 氢氧化钠溶液:400 g/L。

5.6.2.5 甲醛:约30%或36%(m/m)溶液。

5.6.2.6 酚酞指示液:10 g/L。

5.6.3 仪器和设备

5.6.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径约为 $5\ \mu\text{m}$ ~ $15\ \mu\text{m}$ 。

5.6.3.2 电热恒温干燥箱:控制温度在 $120\ ^\circ\text{C} \pm 5\ ^\circ\text{C}$ 。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 试验溶液的制备

称取预先在 $105\ ^\circ\text{C}$ ~ $110\ ^\circ\text{C}$ 下干燥2h后的约1.2 g试样,精确到0.0002 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,用水稀释至刻度,混匀。

5.6.4.2 空白试验溶液

除不加试样外,其他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。

5.6.4.3 测定

吸取25.0 mL试验试液和空白试验溶液,分别置入250 mL烧杯中,加EDTA溶液20 mL(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,至溶液红色出现时,再过量1 mL,加甲醛溶液(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,用氢氧化钠溶液调至红色,在通风柜内加热煮沸15 min,然后冷却,若红色消失,再用氢氧化钠溶液调至红色。

在不断搅拌下,将四苯基合硼酸钠溶液(5.6.2.1)逐滴加入试样液中,加入量为每含1 mg氧化钾

加四苯基合硼酸钠溶液 0.5 mL,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 °C 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 °C ± 5 °C 电热恒温干燥箱中,干燥 1.5 h,然后取出,放入干燥器内冷却至室温,称量。

5.6.5 结果计算

氧化钾含量以钾(K)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{[(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)] \times 0.1091}{m \times 25/250} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中:

- m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——盛有沉淀的玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);
- m_3 ——空白试验用玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);
- m_4 ——空白试验时过滤后玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);

0.1091——四苯基合硼酸钾质量换算为钾质量的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.40 %。

5.7 水分测定

5.7.1 方法提要

在一定温度下,将试样烘干至质量恒定,以试样减少的质量,计算出水分。

5.7.2 分析步骤

称取 5 g 试样,精确至 0.001 g,置于预先在 105 °C ± 2 °C 下烘干至质量恒定的称量瓶中,将称量瓶放置于 105 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中,烘至质量恒定,于干燥器中冷却至室温,称量。

5.7.3 结果计算

水分以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

式中:

- m_1 ——干燥后试料的质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

5.8 氯化物含量的测定

5.8.1 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状使溶液浑浊,再与氯化银标准比浊溶液比较,确定试样中氯化物含量。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 硝酸银溶液:17 g/L。

5.8.2.2 硝酸溶液:1+6。

5.8.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 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。

5.8.3 分析步骤

5.8.3.1 试验溶液的制备

称取 0.5 g ± 0.005 g 试样,置于烧杯中,加 50 mL 水溶解,加 20 mL 硝酸溶液,并转移到 1 000 mL

容量瓶中,摇匀。当溶液浑浊时,进行干过滤。

5.8.3.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 50 mL 比色管中,加 1 mL 硝酸银溶液。用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min 后,试验溶液的浑浊不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 5.00 mL 氯化物标准溶液,与试样溶液同时同样处理。

5.9 硫酸盐含量的测定

5.9.1 方法提要

在酸性介质中,试验溶液中的硫酸盐与氯化钡作用,生成难溶的硫酸钡,当硫酸盐含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,使溶液浑浊,再与硫酸钡标准比浊溶液比较,确定试样中硫酸盐含量。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 氯化钡溶液:50 g/L。

5.9.2.2 盐酸溶液:1+10。

5.9.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,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。

5.9.3 分析步骤

5.9.3.1 试验溶液的制备

称取 $1.0 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于烧杯中,加 20 mL 水溶解,加 25 mL 盐酸溶液,并转移到 100 mL 容量瓶中,摇匀。当溶液浑浊时,进行干过滤。

5.9.3.2 测定

用移液管移取 2 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,试验溶液的浑浊不应大于标准比浊溶液。

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。

5.10 砷含量的测定

称取 $0.10 \text{ g} \pm 0.002 \text{ g}$ 试样,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 23947.2—2009 的第 6 章操作,其试样的砷斑颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 1 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷(As)0.001 mg]与试样同时同样处理。

5.11 重金属含量的测定

5.11.1 方法提要

重金属离子与负二价硫离子在弱酸介质($\text{pH}=3\sim 4$)中生成有色硫化物沉淀。重金属元素含量较低时,形成稳定的棕褐色悬浮液,可用于重金属的目视比色法测定。

5.11.2 试剂和材料

5.11.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.11.2.2 氨水溶液:2+3。

5.11.2.3 冰乙酸溶液:1+2。

5.11.2.4 饱和硫化氢水溶液:使用前制备。

5.11.2.5 酚酞指示液:10 g/L。

5.11.2.6 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 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。

5.11.3 分析步骤

5.11.3.1 试验溶液的制备

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水和 5 mL 盐酸溶液,加热溶解后,加 1

滴酚酞指示液,用氨水溶液调节至溶液呈中性。

5.11.3.2 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 饱和硫化氢水溶液,摇匀,于暗处放置 10 min,试验溶液的颜色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。

5.12 氟化物含量的测定

称取 1.0 g 试样,置于烧杯中,加 20 mL 水溶解,并转移到 250 mL 容量瓶中,摇匀。用移液管移取 10 mL 试验溶液,按照 GB/T 13083—2002 中第 7.2.2 条测定并计算。

6 检验规则

6.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的饲料级磷酸二氢钾为一批,每批产品不得超过 60 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定的采样技术确定样品单元数。采样时将采样器自包装袋斜上方插入料层深度 3/4 处采样。将所采的样品混匀后,按四分法或分样品缩分至不少于 400 g。分装于两个清洁、干燥的塑料袋或具有磨口塞的玻璃瓶中,密封。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。一份用于检验,另一份保存备查,保存时间由生产企业根据实际需要确定。

6.4 生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

6.5 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

7 标志、标签

7.1 包装袋上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、“饲料级”字样、净含量、批号或生产日期、生产许可证号、产品批准文号和本标准编号。

7.2 每批出厂的产品应附有标签。标签的内容符合 GB 10648 的规定。

8 包装、运输、贮存

8.1 饲料级磷酸二氢钾采用双层包装,内包装为塑料薄膜袋,外包装为塑料编织袋。内袋用绳子扎紧或热合封口,外袋用缝包机封口。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。用户有特殊要求时,供需双方协商。

8.2 饲料级磷酸二氢钾在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、日晒。不得与有毒有害物品混运。

8.3 饲料级磷酸二氢钾在贮存过程中,防止雨淋、日晒。不得与有毒物品和腐蚀物品混储。

8.4 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,自生产之日起保质期为 24 个月。逾期应重新检验是否符合本标准要求,经检验合格后重新使用。

中华人民共和国
化工行业标准
饲料级 磷酸二氢钾

HG/T 2860-2011

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数14千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1079

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究