

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3774~3776—2005

---

### 饲料添加剂 (2005)

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

ICS 65.120

B 46

备案号:16321—2005

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3774—2005

---

### 饲料级 磷酸氢二铵

Feed grade diammonium hydrogen phosphate

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准修改采用俄罗斯国家标准 GOST 19651—1974《饲料用磷酸氢二铵》(1996 年第 5 次修改)(俄文版)。

本标准根据俄罗斯国家标准 GOST 19651—1974《饲料用磷酸氢二铵》重新起草。

本标准在采用俄罗斯国家标准时,做了一些修改。有关技术差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 A、附录 B 中给出了这些技术性差异和结构性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC1)归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院。

本标准起草人:李光明。

## 饲料级 磷酸氢二铵

### 1 范围

本标准规定了饲料级磷酸氢二铵的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于饲料级磷酸氢二铵。主要用作反刍动物饲料中的磷和氮的补充剂。

分子式： $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

相对分子质量：132.06(按 2001 年国际相对原子质量)

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 610.1 化学试剂 砷测定通用方法(砷斑法)

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310.1 : 1990)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696 : 1987)

GB/T 9724—1998 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 10209.1 磷酸一氨、磷酸二氨中总氮含量测定 蒸馏后滴定法

GB/T 10209.3—2001 磷酸一氨、磷酸二氨中水分的测定

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079 饲料中总砷的测定方法

GB/T 13080 饲料中铅的测定方法

GB/T 13083 饲料中氟的测定方法

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

### 3 要求

3.1 外观：白色晶体。

3.2 饲料级磷酸氢二铵应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标
磷酸氢二铵(以 P 计)质量分数, %	22.7±0.4
氮(N)质量分数, %	≥ 19
氟(F)质量分数, %	≤ 0.05
砷(As)质量分数, %	≤ 0.002
铅(Pb)质量分数, %	≤ 0.002
水分, %	≤ 0.3
pH 值(50 g/L 溶液)	≥ 7.0
细度(通过 6 mm 网孔的试验筛筛余物)质量分数, %	0

#### 4 试验方法

##### 4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性和腐蚀性,操作时须要小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

##### 4.2 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—1992 中规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、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 的规定制备。

##### 4.3 鉴别

###### 4.3.1 试剂

4.3.1.1 氢氧化钠溶液:100 g/L;

4.3.1.2 硝酸银溶液:17 g/L;

4.3.1.3 硝酸亚汞试纸:将滤纸浸入 50 g/L 硝酸亚汞溶液内,取出晾干。

###### 4.3.2 铵离子鉴别

取试样,加过量的氢氧化钠溶液后,加热即分解,发生氨臭,遇湿润的红色石蕊试纸能变蓝色,并能使湿润的硝酸亚汞试纸变成黑色。

###### 4.3.3 磷酸根鉴别

取试样溶于 10 mL 水中,加 1 mL 硝酸银溶液,生成黄色沉淀,此沉淀溶于氨水,不溶于冰醋酸。

#### 4.4 磷酸氢二铵含量的测定

##### 4.4.1 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沉淀剂形成沉淀。通过过滤、烘干、称量,计算含量。

##### 4.4.2 试剂

###### 4.4.2.1 盐酸;

###### 4.4.2.2 喹钼柠酮溶液的制备:

(1)称取 70 g 钼酸钠( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶解于 100 mL 水中(溶液 a);

(2)称取 60 g 柠檬酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )溶解于 150 mL 水和 85 mL 硝酸中(溶液 b);

(3)在搅拌下将溶液 a 倒入溶液 b 中(溶液 c);

(4)在 100 mL 水中加入 35 mL 硝酸和 5 mL 喹啉(溶液 d);

(5)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

1 000 mL,混匀。贮存于聚乙烯瓶中。

#### 4.4.3 仪器

4.4.3.1 玻璃砂坩埚:孔径为  $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ ;

4.4.3.2 电热干燥箱:温度能控制在  $(180\pm 5)^{\circ}\text{C}$  或  $(250\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 。

#### 4.4.4 分析步骤

##### 4.4.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.2 mg,置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸和少量水,盖上表面皿,煮沸 10 min。冷却后移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### 4.4.4.2 空白试验溶液的制备

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。

##### 4.4.4.3 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液和空白试验溶液分别置于 250 mL 烧杯中,加水至总体积约 100 mL,加 50 mL 喹钼柠酮溶液,盖上表面皿,于水浴中加热至杯内物温度达  $(75\pm 5)^{\circ}\text{C}$ ,保持 30 s (加热时不得用明火,加试剂或加热时不能搅拌,以免生成凝块)。冷却至室温,冷却过程中搅拌 3~4 次。用预先在  $(180\pm 5)^{\circ}\text{C}$  或  $(250\pm 10)^{\circ}\text{C}$  恒重的玻璃砂坩埚抽滤上层清液,用倾析法洗涤沉淀 5~6 次,每次用水约 20 mL,将沉淀转移至玻璃砂坩埚中,继续用水洗涤 3~4 次。将玻璃砂坩埚置于电热干燥箱中,于  $(180\pm 5)^{\circ}\text{C}$  烘 45 min 或  $(250\pm 10)^{\circ}\text{C}$  烘 15 min,取出,置于干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.2 mg。

#### 4.4.5 结果计算

磷酸氢二铵以磷(P)的质量分数  $W_1$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0140}{m \times 20/250} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

$m_1$ ——试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

0.0140——磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

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 0.2%。

#### 4.5 氮含量的测定

按照 GB/T 10209.1 测定并计算。

#### 4.6 氟含量的测定

##### 4.6.1 试验溶液的制备

称取  $(1.00\pm 0.01)\text{g}$  试样,加水溶解,转移到 50 mL 容量瓶中,加 25 mL 总离子强度缓冲溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

##### 4.6.2 测定

按 GB/T 13083 进行测定并计算。

#### 4.7 砷含量的测定

##### 4.7.1 分光光度法(仲裁法)

##### 4.7.1.1 试验溶液 A 的制备

称取  $(1.00\pm 0.01)\text{g}$  试样,加水溶解,转移到 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A。用于砷含量和铅含量的测定。

##### 4.7.1.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A,按 GB/T 13079 进行测定并计算。

#### 4.7.2 砷斑法

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A,按 GB/T 610.1—1988 中第 6 章进行测定。试验溶液的颜色不得深于标准。

标准是用移液管移取 2 mL(每 mL 含有  $1\text{ }\mu\text{g As}$ )的砷标准溶液,与样品同时同样处理。

#### 4.8 铅含量的测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A,按 GB/T 13080 进行测定(扣除背景)并计算。

#### 4.9 水分含量的测定

按 GB/T 10209.3—2001 第 3.2 条测定并计算。

#### 4.10 pH 值测定

称取( $5.00\pm 0.01$ )g 试样,置于 150 mL 烧杯中,加 100 mL 水溶解。用已经校对好的酸度计按照 GB/T 9724—1988 第 6 章对试验溶液进行测定。

#### 4.11 细度测定

##### 4.11.1 仪器

试验筛:GB/T 6003.1—1997 规定的 R40/3 系列  $\phi 200\times 50-6/1.8$ 。

##### 4.11.2 分析步骤

将试验筛按筛底、6 mm 筛的顺序叠好,称取约 50.0 g 试样,精确至 0.01 g,置于上层试验筛中,盖上筛盖,用手筛动约 5min,试样全部通过。

### 5 检验规则

5.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目。

5.2 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氢二铵为一批,每批产品不得超过 10 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器垂直插入包装袋 3/4 处进行采样。将所采的样品混匀,用四分法缩分至不少于 200 g。分装于两个清洁、干燥、具有磨口塞的玻璃瓶中,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,另一瓶保存备查,保存时间由生产企业根据实际需要确定。

5.4 饲料级磷酸氢二铵应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。

5.5 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,复验的结果即使只有一项不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

### 6 标志、标签

6.1 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、生产许可证号和本标准编号。

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

### 7 包装、运输、贮存

7.1 饲料级磷酸氢二铵采用双层包装,内袋为塑料薄膜袋,外袋为塑料编织袋。内袋口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、50 kg。用户有特殊要求时,供需协商。

7.2 饲料级磷酸氢二铵在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、日晒。不得与有毒有害物质混运。

7.3 饲料级磷酸氢二铵在贮存过程中,防止雨淋、日晒。不得与有毒物品和腐蚀物品存放在一起。

7.4 饲料级磷酸氢二铵在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,自生产之日起保质期为六个月。逾期应重新检验是否符合本标准要求。

## 附 录 A

(资料性附录)

## 本标准与俄罗斯国家标准 ГОСТ 19651—1974 技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与俄罗斯国家标准 ГОСТ 19651—1974 技术性差异及其原因一览表。

表 A.1 本标准与俄罗斯国家标准 ГОСТ 19651—1974 技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技 术 差 异	原 因
4.4	俄罗斯国家标准测定磷含量方法采用焦磷酸镁重量法。 本标准采用喹钼柠酮重量法。	采用国家标准通用方法
4.6	俄罗斯国家标准测氟采用蒸馏法。 本标准采用氟离子选择电极法。	采用国家标准通用方法
4.7	俄罗斯国家标准测砷采用砷斑法。 本标准增加分光光度法。	采用国家标准通用方法



附 录 B

(资料性附录)

本标准与俄罗斯国家标准 ГОСТ 19651—1974 结构性差异

表 B.1 给出了本标准与俄罗斯国家标准 ГОСТ 19651—1974 结构性差异的一览表。

表 B.1 本标准与俄罗斯国家标准 ГОСТ 19651—1974 结构性差异

本标准		俄罗斯国家标准 ГОСТ 19651—1974 (1996 年第 5 次修改)《饲料用磷酸氢二铵》	
章节	内容	章节	内容
前言	前言		---
1	范围		---
2	规范性引用文件		---
3	要求	1	要求
4	试验方法	3	试验方法
5	检验规则		---
6	标志、标签		---
7	包装、运输、贮存	4	包装、标志、运输、贮存
附录 A	资料性附录		---
附录 B	资料性附录		---