

中华人民共和国国家标准

 $GB \times \times \times \times - \times \times \times$

饲料添加剂 第6部分: 非蛋白氮 磷酸氢二铵

Feed additives-Part 6: Non-protein Nitrogen-Diammonium hydrogen phosphate

(送审稿)

202× - ×× - ××发布

202× - ×× - ××实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为GB 7300《饲料添加剂》的第6部分。GB 7300已经发布了以下部分: ——第1部分: 氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-苏氨酸(GB 7300.101); —第1部分: 氨基酸、氨基酸盐及其类似物 甘氨酸(GB 7300.102); ——第1部分: 氨基酸、氨基酸盐及其类似物 蛋氨酸羟基类似物 (GB 7300.103): ——第1部分: 氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-缬氨酸(GB 7300.104); -- 第2部分: 维生素及类维生素 L-抗坏血酸-2-磷酸酯盐(GB 7300.201); ——第2部分: 维生素及类维生素 维生素 D₃ 油(GB 7300.202); —第2部分: 维生素及类维生素 甜菜碱盐酸盐(GB 7300.204); ——第3部分: 矿物元素及其络(螯)合物 碘化钾(GB 7300.301); —第3部分: 矿物元素及其络(螯)合物 亚硒酸钠(GB 7300.302); ——第3部分: 矿物元素及其络(螯)合物 碘酸钾(GB 7300.303); —第3部分: 矿物元素及其络(螯)合物 甘氨酸铁络合物(GB 7300.304); —第3部分: 矿物元素及其络(螯)合物 碱式氯化铜(GB 7300.305); —第4部分:酶制剂 木聚糖酶(GB 7300.401); -- 第4部分: 酶制剂 植酸酶 (GB 7300.402); ——第4部分: 酶制剂 纤维素酶(GB 7300.403); —第5部分: 微生物 酿酒酵母(GB 7300.501); ——第5部分: 微生物 植物乳杆菌(GB 7300.502); ——第5部分: 微生物 嗜酸乳杆菌 (GB 7300.503); —第5部分: 微生物 屎肠球菌(GB 7300.504); ——第6部分: 非蛋白氮 尿素 (GB 7300.601); —第8部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 碳酸氢钠(GB 7300.801); —第8部分:防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 丙酸(GB 7300.802); ——第9部分:着色剂 β-胡萝卜素粉 (GB 7300.901); —第9部分:着色剂 β,β-胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)(GB 7300.902); ——第10部分: 调味和诱食物质 谷氨酸钠(GB 7300.1001): ——第10部分: 调味和诱食物质 大蒜素(GB 7300.1002); --第10部分:调味和诱食物质 新甲基橙皮苷二氢查耳酮(GB 7300.1003)。 本文件第3章第2节和第6章为强制性条款,其余为推荐性条款。 本文件由中华人民共和国农业农村部提出并归口。 本文件由中国农业科学院饲料研究所起草。 本文件主要起草人: 田园、石波、范志影、朱超、刘庆生、马书宇、梁平 本文件为首次发布。

引 言

饲料添加剂是指在饲料加工、制作、使用过程中添加的少量或者微量物质,包括营养性饲料添加剂和一般饲料添加剂。为便于使用,按照产品类型,GB7300《饲料添加剂》分为以下13个大类:

——氨基酸、氨基酸盐及具类似物;
——维生素及类维生素;
——矿物元素及其络(螯)合物;
——酶制剂;
——微生物 ;
——非蛋白氮;
——抗氧化剂;
——防腐剂、防霉剂和酸度调节剂;
——着色剂;
——调味和诱食物质;
——粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂;
——多糖和寡糖;

——其他。

本文件的产品磷酸氢二铵属于第 6 大类非蛋白氮,因磷酸氢二铵是此大类第 2 个发布的产品标准,所以本文件以 GB 7300.602 编号,作为 GB 7300 的第 602 部分。

饲料添加剂 第 6 部分: 非蛋白氮 磷酸氢二铵

1 范围

本部分规定了饲料添加剂磷酸氢二铵的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输和贮存。本部分适用于化工合成法制得的磷酸氢二铵,作为非蛋白氮类饲料添加剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件, 仅该日期对应的版本适用于本文件;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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法
- GB/T 6432 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 10209.1 磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第1部分: 总氮含量
- GB/T 10209.3 磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第3部分:水分
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 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 13081 饲料中汞的测定
- GB/T 13082 饲料中镉的测定
- GB/T 13083 饲料中氟的测定方法 离子选择性电极法
- GB/T 14699 饲料 采样

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

- 4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式
- 4.1 化学名称:磷酸氢二铵

- 4.2 分子式: (NH₄)₂HPO₄
- 4.3 相对分子质量: 132.06 (按 2022 年国际相对原子量计算)

5 技术要求

5.1 外观与性状

本品应为白色颗粒或白色粉末。

5.2 理化指标

应符合表1的要求。

表1 理化指标

项目	指标
磷酸氢二铵[(NH4)2HPO4]/%	96. 0~102. 0
总磷 (以 P 计) /%	≥ 22. 5
总氮 (以 N 计) /%	≥ 20. 0
氟化物 (以F计) /mg / kg	≤20
铅(Pb)/mg / kg	≤ 4
砷(As)/mg / kg	≤20
水分/%	≤ 0. 3
pH 值(1 %水溶液)	7. 6~8. 2
粒度(通过 1mm 试验筛) /%	≥ 95

6 采样

按GB/T 14699的规定执行。

7 试验方法

警示——试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎,并采取适当的安全和防护措施。

7.1 一般规定

除另有说明,所用试剂均为分析纯试剂;所用标准滴定溶液、杂质用标准溶液和其他制剂,应按照 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备;试验用水均为GB/T 6682规定的三级水。

7.2 外观与性状

7.2.1 感官检验

取适量试样置于清洁干燥的白瓷盘中,在自然光下观察其色泽和形态。

7.3 鉴别试验

7.3.1 试剂或材料

- 7.3.1.1 冰乙酸。
- 7.3.1.2 氢氧化钠溶液: 100g/L。
- 7.3.1.3 硝酸银溶液: 17g/L。
- 7.3.1.4 硝酸溶液: 1+8。
- 7.3.1.5 氨水溶液: 1+1。
- 7.3.1.6 红色石蕊试纸。
- 7.3.1.7 硝酸亚汞试纸:将滤纸浸入50g/L硝酸亚汞溶液内,取出晾干。

7.3.2 仪器设备

分析天平: 精度为 0.0001 g。

7.3.3 鉴别方法

7.3.4 铵离子的鉴别

称取 1 g 试样,加入 20 mL 氢氧化钠溶液 (4.2.1.2) 后,加热即分解,发生氨臭,遇湿润的红色石蕊试纸 (4.2.1.6) 能变成蓝色,并能使湿润的硝酸亚汞试纸 (4.2.1.7) 变成黑色。

7.3.5 磷酸根的鉴别

称取约 1 g 试样,溶于 20 mL 水中,加入 1 mL 硝酸银溶液(4.2.1.3),生成黄色沉淀,此沉淀溶于氨水溶液(4.2.1.5)或硝酸溶液(4.2.1.4),不溶于冰乙酸(4.2.1.1)。

8 磷酸氢二铵的测定

8.1.1 原理

在酸性介质中,以喹钼柠酮为沉淀剂将试样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,计算得出试样中磷酸氢二铵的含量。

8.1.2 试剂或材料

- 8.1.2.1 硝酸溶液: 1+1。
- 8.1.2.2 喹钼柠酮溶液:
- 8.1.2.3 称取 70g 钼酸钠(Na2MoO4·2H2O)溶解于 100 mL 水中(溶液 a);

- 8.1.2.4 称取 60g 柠檬酸 (C6H8O7·H2O) 溶解于 150 mL 水和 85 mL 硝酸中 (溶液 b);
- 8.1.2.5 在搅拌下将溶液 a 倒入溶液 b 中 (溶液 c);
- 8.1.2.6 在 100 mL 水中加入 35 mL 硝酸和 5 mL 喹啉 (溶液 d);
- 8. 1. 2. 7 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。

注: a、b、c和d溶液应现用现配,配制好的喹钼柠酮溶液应贮存于聚乙烯瓶中,保质期为一周。

8.1.3 仪器设备

- 8.1.3.1 玻璃砂芯坩埚: 孔径 5 μm~15 μm。
- 8.1.3.2 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 180 ℃ ± 2 ℃。

8.1.4 试验步骤

称取约 1.0 g 试样,精确至 0.0001g,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤(弃去最初 20 mL 滤液)。同时准备空白试验溶液,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,并与试样同时同样处理。

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,加入 10 mL 硝酸溶液 (4.3.2.1),加水至总体积约 100 mL,加入 50 mL 喹钼柠酮溶液 (4.3.2.2),盖上表面皿,于75 $\mathbb C$ ± 5 $\mathbb C$ 水浴中加热 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)。从水浴中取出冷却,在冷却过程中搅拌 3 次~ 4 次。冷却至室温后,用预先在 180 $\mathbb C$ ± 2 $\mathbb C$ 下干燥 45 min 的玻璃砂芯坩埚中,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,从温度稳定开始计时,在 180 $\mathbb C$ ± 2 $\mathbb C$ 下干燥 45 min。取出稍冷后,置于干燥器中冷却至室温,称量。

8.1.5 试验数据处理

试样中磷酸氢二铵含量以磷 (P) 的质量分数 X_1 计,数值以%表示,按式 (1) 计算:

$$X_{1} = \frac{\left(m_{1} - m_{2}\right) \times 0.01400}{m \times \left(20/250\right)} \times 100\%$$
 (1)

式中:

 m_1 ——试验溶液生成磷钼酸喹啉的质量,单位为克(g);

 m_2 ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉的质量,单位为克(g);

m ——试料质量,单位为克(g);

0.01400——磷钼酸喹啉换算成磷的系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示,保留至小数点后1位。

磷酸氢二铵含量以磷酸氢二铵 $[(NH_4)_2HPO_4]$ 的质量分数 X_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$X_{2} = \frac{\left(m_{1} - m_{2}\right) \times 0.05969}{m \times \left(20/250\right)} \times 100\% \tag{2}$$

式中:

m, ——试验溶液生成磷钼酸喹啉的质量, 单位为克 (g);

 m_2 ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉的质量,单位为克 (g);

m ──试料质量,单位为克(g);

0.05969——磷钼酸喹啉换算成磷酸氢二铵的系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示,保留至小数点后1位。

8.1.6 精密度

在重复性条件下,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 0.4 %。

8.2 总氮的测定

按GB/T 10209.1 规定进行测定并计算。

8.3 氟化物的测定

按GB/T 13083 规定进行测定并计算。

8.4 铅的测定

按GB/T 13083 规定进行测定并计算。

8.5 砷的测定

按GB/T 13079 规定进行测定并计算

8.6 水分含量的测定

称取约2 g 试样,精确至 0.0001 g,按GB/T 10209.3 中第3.2条测定并计算。

8.7 pH 值测定

8.7.1 仪器和设备

pH计:分度值为0.02。

8.7.2 分析步骤

称取 1.00~g 试样,精确至 0.01~g ,置于 200~mL 烧杯中,加入 100~mL 水溶解试样,用已校准过的pH计按照 GB/T 9724-2007 规定进行测定。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定的绝对差值不大于0.1。

8.8 粒度测定

称取约 20.0 g 试样, 精确至 0.01 g , 按GB/T 5917.1 规定进行测定并计算。

9 检验规则

- 9.1 本文件要求中所列指标项目均为出厂检验项目,应逐批检验并附产品质量检验证书。
- 9.2 以同一批原料、同样工艺条件、同一规格、同一班次生产的产品为一个批次。
- 9.3 取样单元数按 GB/T 14699.1 的规定执行。取样时,将取样器插入料层深度的四分之三处,将取得的样品混匀,用四分法缩分约 500 g 样品,分装于两个干燥、清洁、带磨口塞的瓶中,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、生产日期、批次,一瓶用于检验,一瓶保存备用。
- 9.4 判定规则:检验结果全部符合本标准第3章的要求判为合格品。有一项指标不符合本标准要求时,应重新双倍取样进行复验,复验结果中有一项不符合标准即判定为不合格。
- 10 标签、包装、运输、贮存和保质期

10.1 标签

按GB 10648的规定执行,并标注"本产品仅限用于反刍动物"。

10.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、避光、密封。

10.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋,不应与有毒有害物质共运。

10.4 贮存

贮存于干燥、通风处,防止日晒、雨淋,不应与有毒有害物质混储。

10.5 保质期

未开启包装的产品,在规定的包装、运输、贮存条件下,原包装产品的保质期为6个月。