

中华人民共和国国家标准

饲料添加剂 第6部分：  
非蛋白氮 磷酸氢二铵

编制说明

《饲料添加剂 第6部分：非蛋白氮 磷酸氢二铵》

标准编制小组

2012年12月

# 中华人民共和国国家标准

## 饲料添加剂 第6部分：非蛋白氮 磷酸氢二铵

### 编制说明

#### 一、任务来源

《饲料添加剂 第6部分：非蛋白氮 磷酸氢二铵》是由全国饲料工业标准化技术委员会下达的产品标准制订任务，国家标准项目编号为20100288-Q-469。制订该标准的起草单位为中国农业科学院饲料研究所。

#### 二、标准制订的目的、意义及必要性

氮和磷是动物生长所必需的元素之一，磷酸氢二铵添加剂在反刍动物饲料中的应用逐渐广泛，需求量逐年提高。为维护广大用户的利益、提高产品质量、保证饲料安全，应有相应的产品质量标准对饲料级磷酸氢二铵的质量进行监控。现行的《饲料级 磷酸氢二铵》化工行业标准是2005年制定的，颁布实施至今已有6年的时间。标准中的一些内容已现陈旧，不能适应实际生产管理和用户要求，无法正确检验和评价产品质量，因此，有必要对《饲料级 磷酸氢二铵》标准进行新的制定。本标准的制定对于完善饲料工业标准体系，促进饲料和养殖行业科学发展具有重要的意义。

#### 三、主要工作过程

饲料所于2011年初接受全国饲料工业标准化技术委员会下达的饲料级磷酸氢二铵产品标准制定任务，经过精心筹备，2011年4月至5月，组织相关单位召开了标准制订工作会议，明确分工，落实任务，讨论标准制订要点，确定工作方

案。

1. 标准编写格式的修订：按照国家质量技术监督局“关于强制性标准实行条文强制的若干规定”、GB/T 1.1-2009《标准工作导则第一部分：标准的结构和编写规则》和GB/T 20001.4-2001《标准工作导则第四部分：化学分析方法》中给出的规定起草，以增强标准结构和编写的规范性。

2. 将磷酸氢二铵含量要求规定为96.0%~102.0%。

3. 增加总磷含量要求，规定为 $\geq 22.5\%$ 。

4. 将总氮含量要求规定为 $\geq 20\%$ 。

5. 将pH值要求规定为1%磷酸氢二铵溶液的pH值为7.6-8.2。

6. 将粒度要求规定为 $\Phi 1.0\text{mm} \geq 95\%$ 。

#### 四、制定本标准的原则

1. 有利于合格的磷酸氢二铵产品应用于饲料中。

2. 有利于企业技术进步，保证和提高产品质量，改善经营管理。

3. 确保标准的可操作性，方便质量监督部门进行监督和评判。

4. 避免生产和销售过程中出现以次充好的现象。

#### 五、确定标准的主要内容

1. 技术内容说明

1.1 指标项目的设立

化工行业标准《饲料级 磷酸氢二铵》共设立了磷酸氢二铵（以P计）质量分数、氮（N）质量分数、氟（F）质量分数、

砷（As）质量分数、铅（Pb）质量分数、水分、pH值（50g/L溶液）和粒度共八项指标。本次标准制订根据实际生产需要及市场需要，在参考了国外先进标准的基础上，为了与食品安全国家标准食品添加剂保持一致，使生产厂家在日常生产中更好操作，将磷酸氢二铵主含量表示方法修改为以（NH<sub>4</sub>）<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>计；pH值改为以1%水溶液测定值计；参考GB/T 10209.4的规定，拟将细度指标改用粒度表示；删去重金属（以铅计）含量指标及分析方法；增加总磷含量指标；其他指标沿用原标准中所设。具体指标及参数见表1，国内外磷酸氢二铵产品标准的比较如表2所示。

表1 要求

项 目	指 标
磷酸氢二铵[(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ]/%	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

表 2. 我国标准与国外标准比较

	中国化工行业标准	食品添加剂联合专业委员会	美国食品化学法典	日本工业规格	本标准
外观	白色晶体	白色晶体或白色晶状粉末	白色晶体、白色晶状粉末或颗粒	白色结晶、白色结晶性粉末	白色颗粒状或粉末状
纯度	/	96.0%-102.0%	96.0%-102.0%	99.0%以上	96.0%-102.0%
溶解性	/	易溶于水	易溶于水	/	易溶于水
磷酸氢二铵 (以 P 计)	22.7%±0.4	/	/	/	≥22.5%
氮	≥19%	/	/	/	≥20.0%
砷	≤0.002%	≤3mg/kg	≤3mg/kg	≤1mg/kg	≤20mg/kg
氟	≤0.05%	≤10mg/kg	≤10mg/kg	/	≤20mg/kg
铅	≤0.002%	≤4mg/kg	≤4mg/kg	≤0.001%	≤4mg/kg
水分	≤0.3%	/	/	/	≤0.3%
pH 值	≥7.0(50g/L 溶液)	7.6-8.4 (1: 100 水溶液)	7.6-8.2(1:100 水溶液)	7.8-8.3(50g/L 溶液, 25℃)	7.6-8.2(1%水溶液)
粒度	100% (过 6mm 筛)	/	/	/	95% (过 1mm 筛)
铵离子鉴别	加过量氢氧化钠	加过量氢氧化钠	加过量氢氧化钠	加过量氢氧化钠	加过量氢氧化钠
磷酸根鉴别	硝酸银沉淀	硝酸银沉淀	硝酸银沉淀	硝酸银沉淀	硝酸银沉淀
磷酸氢二铵含量测定	重量法	容量法	容量法	/	重量法
氮含量测定	凯氏定氮	凯氏定氮	凯氏定氮	/	凯氏定氮
氟含量测定	离子选择性电极法	离子选择性电极法	离子选择性电极法	/	离子选择性电极法
砷含量测定	银盐法 (仲裁法) 硼氢化物还原光度法 氢化物原子荧光光度法	氢化物原子荧光光度法	氢化物原子荧光光度法	/	氢化物原子荧光光度法
铅含量测定	原子吸收光谱法 双硫脲比色法	原子吸收光谱法	原子吸收光谱法	/	石墨炉原子吸收光谱法
水分含量测定	卡尔费休法 真空烘箱法	卡尔费休法	卡尔费休法	/	卡尔费休法 真空烘箱法
pH 值测定	电位法	电位法	电位法	/	电位法
粒度测定	6mm 筛	/	/	/	1mm 筛

## 1.2 含量检测方法的确立

### 1.2.1 磷酸氢二铵含量

目前现行的饲料级磷酸氢二铵标准中主含量是以磷计，含量为  $22.7 \pm 0.4\%$ ，而美国食品化学法典和食品添加剂联合专业委员会的规定中均为以磷酸氢二铵计，含量为  $96 \sim 102\%$ 。新颁布的《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸氢二钠》和《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸二氢铵》中关于主含量的规定也是以磷酸盐计，而不是以磷计。所以，为与食品添加剂标准相一致，且积极采用国际先进标准，在制订本标准时，决定将理化指标中磷酸氢二铵含量一项改用磷酸氢二铵计。经过对 13 份样品的验证试验，如表 7 所示，将磷酸氢二铵含量定为不小于  $96\%$ ，不大于  $102\%$ 。

### 1.2.2 总磷含量

国外的标准中均未对该项指标做出明确规定，我国现行饲料级磷酸氢二铵标准中主含量是以磷计，含量为  $22.7 \pm 0.4\%$ ，本标准将磷酸氢二铵含量定为不小于  $96\%$ ，不大于  $102\%$ ，实际测定磷酸氢二铵含量的重量法测定的是磷酸根的含量，故将总磷含量（以 P 计）规定为  $\geq 22.5\%$ 。

### 1.2.3 总氮含量

国外的标准中均未对该项指标做出明确规定，我国现行饲料级磷酸氢二铵标准中对氮含量的规定为  $\geq 19\%$ ，工业磷酸氢二铵的规定为  $\geq 18\%$ 。理论上磷酸氢二铵中氮含量为  $21.2\%$ ，按照磷酸氢二铵含量不小于  $96\%$ ，不大于  $102\%$  计算的话，产品中总氮含量应不小于  $20.35\%$ 。如表 8 对样品进行测定

的结果说明，13份样品中有11份样品的氮含量达到20%以上，故将该指标定为不小于20%。

#### 1.2.4水分

国外的标准中均未对该项指标做出明确规定，我国现行饲料级磷酸氢二铵标准中对水分含量的规定为 $\leq 0.3\%$ 。对8份样品分别用三种不同的方法进行测定，结果见表4所示。故仍沿用水分含量 $\leq 0.3\%$ 。

#### 1.2.5pH值

我国现行的饲料级磷酸氢二铵标准中关于 pH 值的规定为 50g/L 溶液的 pH 值 $\geq 7.0$ ，这与日本工业规格中规定的溶液浓度相同，但日本标准中的 pH 值为一个范围区间（7.8~8.3）；美国食品化学法典和食品添加剂联合专业委员会关于 pH 值的规定均为 1%水溶液的 pH 值在 7.6~8.2 和 7.6~8.4。食品添加剂磷酸二氢铵国家标准中 pH 值也为 1%水溶液的测定值，且规定了水溶液的范围区间。收集到的样品的生产企业检验报告中 pH 值一项也为 1%水溶液的测定值。为与食品添加剂标准相一致，且积极采用国际先进标准，将饲料级磷酸氢二铵的 pH 值定为 1%水溶液的测定值，指标控制为 7.6~8.2。

#### 1.2.6氟化物、铅和砷

铅和砷为饲料产品卫生指标，征求意见稿中限量拟依然参照饲料的标准，氟含量 $\leq 1800\text{mg/kg}$ ，铅含量 $\leq 30\text{mg/kg}$ ，砷含量因实际检测的13份样品中大多超过卫生标准限量，故拟将砷含量定为 $\leq 30\text{mg/kg}$ 。预审会专家们一致建议氟含量

沿用现行化工行业标准磷酸氢二铵中的规定 $\leq 500\text{mg/kg}$ ，铅含量 $\leq 10\text{mg/kg}$ ，砷含量 $\leq 20\text{mg/kg}$ 。终审会专家建议卫生指标应在实际测定结果基础上适当严格，故将氟化物指标调整为 $\leq 20\text{mg/kg}$ ，铅指标调整为 $\leq 4\text{mg/kg}$ ，砷指标仍规定为 $\leq 20\text{mg/kg}$ 。氟、铅、砷的检测方法分别参照国标GB/T 13079 饲料中总砷的测定、GB/T 13080 饲料中铅的测定和GB/T 13083 饲料中氟的测定。

### 1.3 试验方法的确定

1.3.1 沿用国标和行标中测定磷含量的方法作为测定方法。

分别采用了重量法和容量法对搜集到的样品进行了测定，对三个有标示含量的样品的测定结果如表3所示，全部样品的测定结果如表7所示。从表3和表7的结果可知，重量法测定磷酸氢二铵含量的重复性很好，其相对标准偏差在0.03%左右，6次平行测定结果的最大相差 $\leq 0.11\%$ 。我们将磷酸氢二铵测定结果的允许差由原来的两次平行测定结果绝对差值不得大于0.2%改为0.4%，这样基本能满足检测的需要。

表3 重量法和容量法测定磷酸氢二铵含量重复性试验比较 (n=6)

样品编号	标示含量 (%)	测定含量 (%)		平均值 (%)		标准偏差 (%)		相对标准偏差 (%)		最大相差 (%)	
		重量法	容量法	重量法	容量法	重量法	容量法	重量法	容量法	重量法	容量法
1	98%	98.48	98.30	98.52	98.28	0.04	0.03	0.03	0.03	0.08	0.08
		98.48	98.32								
		98.56	98.30								
		98.52	98.28								
		98.52	98.26								
		98.56	98.24								
2	99%	99.45	98.68	99.51	98.74	0.04	0.06	0.03	0.06	0.11	0.16

		99.56	98.64								
		99.52	98.76								
		99.48	98.80								
		99.50	98.78								
		99.52	98.76								
3	99%	99.28	98.06	99.27	98.13	0.03	0.05	0.03	0.04	0.08	0.12

美国食品化学法典和食品添加剂联合专业委员会规定的磷酸氢二铵测定方法均为容量法。采用容量法测定含量，其试验误差较重量法大，对三个有标示量的产品检测的结果只有一个达到标示量，不能准确反映样品真实含量。因此，本标准中不采用该方法作为磷酸氢二铵产品主含量的测定方法用于产品质量控制。

### 1.3.2 水分

本标准中水分测定依据的是GB/T 10209.3 磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第3部分：水分。对8份磷酸氢二铵样品进行试验，试验证明卡尔·费休法（通用方法）和减压干燥的方法均可行。三种方法的试验结果比较见表5，8份供试样品测得的水分含量均为 $\leq 0.3\%$ ，故可根据实际情况，选择相应的方法。

表4 三种方法测定水分的结果比较

样品	水分 (%)		
	常压干燥法 (50℃)	减压干燥法 (50℃)	卡尔费休法
磷酸氢二铵 1	0.22	0.052	0.28
磷酸氢二铵 2	0.045	0.050	0.03
磷酸氢二铵 3	0.20	0.068	0.21
磷酸氢二铵 4	0.18	0.050	0.14
磷酸氢二铵 5	0.065	0.040	1.6
磷酸氢二铵 6	0.040	0.040	0.06
磷酸氢二铵 7	0.090	0.040	0.04
磷酸氢二铵 8	0.040	0.020	0.09

### 1.3.3 铅含量

分别用GB/T 13080-2004和GB 5009.12-2010中铅测定的方法对搜集到的13份样品中铅含量进行了测定，结果如表5所示。用GB/T 13080-2004（火焰原子吸收法）测定时，大多数样品因铅含量较低，均未检出。故采用GB 5009.12-2010（石墨炉原子吸收法）对全部样品进行检测，结果如表5所示。全部13个样品的铅含量均能达到国际限量的标准，即 $\leq 4\text{mg/kg}$ 。故为了保持饲料标准体系的一致性，本标准规定铅含量检测方法为采用GB/T 13080-2004方法进行测定。

表5 两种方法测定铅含量的结果比较

	铅含量 (mg/kg)	
	GB/T 3774-2005	GB 5009.12-2010
1	未检出	0.10
2	未检出	0.93
3	0.19	0.18
4	0.11	0.49
5	未检出	< 0.10
6	未检出	< 0.10
7	未检出	0.10
8	0.15	0.28
9	未检出	< 0.10
10	未检出	< 0.10
11	未检出	< 0.10
12	未检出	< 0.10
13	未检出	< 0.10

### 1.3.4 pH值

磷酸氢二铵水溶液呈弱碱性，将样品分别配制成50g/L和1%的水溶液，分别测定了两种不同浓度磷酸氢二铵水溶液的pH值。1%水溶液比50g/L溶液容易达到终点，且重复6次的

pH值均落在7.6~8.2的范围内，结果如表6显示，1%水溶液的pH值比50g/L溶液的pH值略低。

### 1.3.5 粒度

征求意见稿中粒度指标参照HG/T 3774-2005 饲料级磷酸氢二铵的规定进行检测，为全部通过6mm筛。终审会专家提出该规定过于粗放，建议修改为过1mm筛，本标准采纳了专家意见，将粒度指标调整为95%通过1mm试验筛。

表6 两种不同浓度磷酸氢二铵水溶液pH测定结果比较

溶液浓度	pH 值					
50g/L	8.008	8.000	8.003	8.005	7.961	7.977
1%	7.905	7.925	7.919	7.926	7.932	7.932

### 1.3.6 保质期

磷酸氢二铵产品保质期参考 HG/T 3774-2005《饲料级磷酸氢二铵》，在规定的贮存条件下，原包装产品的保质期为6个月。

### 1.4 小结

本标准明确规定了磷酸氢二铵的适用范围、产品各项技术指标，并规定该产品的检验规则及包装、贮存、运输方法，为保证该产品质量提供了可靠的科学依据。

## 六、主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

确定了本标准的技术指标和检测方法之后，我们搜集了13份不同厂家的样品，覆盖黑龙江、广西、江苏、天津、四川、武汉、上海、广州等省，其中四川省采集样品6份。因目前市场上没有饲料级的磷酸氢二铵产品，所以搜集到的样

品均为化工级产品，基本覆盖了目前国内的主要磷酸氢二铵生产厂家的产品。对这 13 份样品我们进行了方法验证，结果见表 7 和表 8。

表 7 为磷酸氢二铵含量的方法验证试验，结果表明，重量法稳定性较好，三次平行试验结果的绝对相差不大于 0.3%。原化工行业标准中两次平行测定结果绝对差值不得大于 0.2% 是以磷为最终计算结果规定的，实际样品测定中我们是以磷酸氢二铵为最终计算结果的。如将最终结果换算成以磷计，三次测定结果的绝对差值均不大于 0.1%，较 0.2% 的规定更为严格，故根据实际试验测定结果，将磷酸氢二铵测定结果的允许差规定为 0.4%，这样基本能满足检测的需要，适用于饲料级磷酸氢二铵含量测定。

我们对 13 份样品进行了全部技术要求的验证，结果见表 7 和表 8。结果表明，各技术指标都合格的只有 5 号、6 号、10 号、和 11 号 4 份样品，其它样品均为不合格产品。其中，1 号、2 号和 3 号样品磷酸氢二铵含量用重量法测定未合格，总磷含量未合格；13 号样品的总氮含量、pH 值均未达标，总砷含量也远超过卫生限量标准规定；出现这种现象应与保存不当有关，磷酸氢二铵在空气中易失去铵变为磷酸二氢铵，未达标的样品可能部分失去铵变为磷酸氢二铵和磷酸二氢铵的混合物。13 份样品的水分、pH 和铅含量指标均为合格（13 号样品较特殊，除外）。1 号、2 号、7 号、8 号、9 号、12 号和 13 号砷含量超标。氟化物 4 号样品超标。

表7 磷酸氢二铵含量测定结果 (%)

样品编号	样品来源	磷酸氢二铵含量	平均值	最大绝对相差
1	黑龙江某化工厂	95.4	95.5	0.2
		95.6		
		95.4		
2	广西某化工厂	95.0	95.0	0.2
		95.1		
		94.9		
3	江苏某化工厂	77.1	76.5	1.4
		76.8		
		75.7		
4	天津某化工厂	98.5	98.5	0.2
		98.4		
		98.6		
5	四川某化工厂	99.4	99.6	0.3
		99.7		
		99.6		
6	武汉某化工厂	99.2	99.4	0.3
		99.5		
		99.4		
7	上海某化工厂	99.5	99.6	0.3
		99.8		
		99.5		
8	广州某化工厂	99.6	99.6	0.3
		99.7		
		99.4		
9	四川某化工厂	99.5	99.5	0.1
		99.6		
		99.5		
10	四川某化工厂	99.8	99.7	0.2
		99.6		
		99.6		
11	四川某化工厂	99.2	99.2	0.2
		99.3		
		99.1		
12	四川某化工厂	98.3	98.3	0.1
		98.4		
		98.3		
13	四川某化工厂	98.0	97.9	0.2
		97.8		
		97.8		

表 8 其它技术指标测定结果

样品编号	样品来源	总磷 (%)	总氮 (%)	水分 (%)	pH 值	氟 (mg/kg)	铅 (mg/kg)	砷 (mg/kg)
1	黑龙江某化工厂	22.43	20.84	0.28	7.92	1.6	0.10	22.73
2	广西某化工厂	22.30	20.86	0.03	7.88	5.0	0.93	51.69
3	江苏某化工厂	18.02	16.80	0.21	7.92	2.0	0.18	19.82
4	天津某化工厂	23.14	20.68	0.14	7.70	587	0.49	12.04
5	四川某化工厂	23.27	21.01	0.06	7.92	1.6	<0.10	12.98
6	武汉某化工厂	23.28	20.93	0.04	7.93	0.18	<0.10	0.28
7	上海某化工厂	23.31	20.57	0.09	7.70	7.3	0.10	34.51
8	广州某化工厂	23.30	20.92	0.04	7.90	10.6	0.28	34.35
9	四川某化工厂	23.38	20.89	0.045	7.93	3.8	<0.10	39.84
10	四川某化工厂	23.41	20.87	0.025	7.88	5.0	<0.10	19.91
11	四川某化工厂	23.58	20.86	0.025	7.88	5.5	<0.10	0.25
12	四川某化工厂	23.49	20.86	0.11	7.90	7.2	<0.10	23.95
13	四川某化工厂	23.53	16.36	0.27	6.64	19.2	<0.10	88.04

## 七、与现行法律、法规、强制性标准的关系

本标准的制定综合考虑化工行业标准实施过程中用户及检测部门的意见和建议，结合现行饲料添加剂管理及使用相关规定，参考了中国药典、美国食品化学法典、食品添加剂联合专业委员会规定、相关饲料和饲料添加剂国家标准、食品安全国家标准和主要生产企业提供的产品质量标准。本

标准与这些文件中的规定相一致。

#### **八、重大分歧意见的处理经过和依据**

在本标准的编写过程中，无重大意见分歧。

#### **九、标准作为强制性比敖准的建议**

建议本标准作为国家强制性标准，凡是在我国境内生产和销售的用于饲料添加剂的磷酸氢二铵产品，其质量都应符合本标准的规定，以保障广大消费者的健康和安全。

#### **十、贯彻标准的要求和措施建议**

本标准发布后，应广泛组织宣传贯彻，指导饲料添加剂磷酸氢二铵的生产，有助于生产企业提高产品质量。