



中华人民共和国国家标准

GB/T 21696—2008

饲料添加剂 碱式氯化铜

Feed additive—Copper chloride hydroxide

2008-04-09 发布

2008-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准主要起草单位：国家饲料质量监督检验中心（武汉）、长沙兴嘉生物工程有限公司。

本标准主要起草人：何一帆、黄逸强、徐锦萍、周长虹、周泽辉、杨林。

本标准首次发布。

饲料添加剂 碱式氯化铜

1 范围

本标准规定了饲料添加剂碱式氯化铜的质量要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存、保质期。
本标准适用于饲料添加剂碱式氯化铜。
分子式： $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$
相对分子质量：213.57(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 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 602-2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682-1992,neq ISO 3696:1987)
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 13082 饲料中镉的测定方法
- GB/T 14699.1 饲料 采样(GB/T 14699.1-2005,ISO 6497:2002,IDT)

3 要求

3.1 感官性状

墨绿色和浅绿色粉末或颗粒，不溶于水，溶于酸和氨水，空气中稳定。

3.2 理化指标

饲料添加剂碱式氯化铜的理化指标应符合表 1 要求。

表 1 理化指标

项 目	指 标
碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]$ (质量分数)/%	≥ 98.0
铜(以 Cu 计)(质量分数)/%	≥ 58.12
砷(As)(质量分数)/%	≤ 0.002
铅(Pb)(质量分数)/%	≤ 0.001
镉(Cd)(质量分数)/%	$\leq 0.000\ 3$
酸不溶物(质量分数)/%	≤ 0.2
细度(通过孔径为 250 μm 试验筛)/%	≥ 95.0

4 试验方法

4.1 试剂和溶液

以下试剂除特别注明外，均为分析纯，水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

- 4.1.1 乙二胺四乙酸二钠溶液:150 g/L。
- 4.1.2 氢氧化钠溶液:0.1 mol/L 溶液。称取 1.0 g 氢氧化钠,溶于水中,定容至 250 mL。
- 4.1.3 硫酸钠溶液:0.2 g/L。
- 4.1.4 乙酸乙酯溶液。
- 4.1.5 硝酸银溶液:10 g/L。
- 4.1.6 碘化钾。
- 4.1.7 冰乙酸。
- 4.1.8 盐酸。
- 4.1.9 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=3 \text{ mol/L}$ 。量取 250.0 mL 盐酸(4.1.8),溶于水中,定容至 1 L。
- 4.1.10 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 。量取 500.0 mL 盐酸(4.1.8),溶于水中,定容至 1 L。
- 4.1.11 硫代硫酸钠标准溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601 配制。
- 4.1.12 淀粉指示液:5 g/L。
- 4.1.13 乙酸铅棉花。
- 4.1.14 L-抗坏血酸。
- 4.1.15 无砷锌粒。
- 4.1.16 碘化钾溶液:150 g/L。称取 75 g 碘化钾(4.1.6)溶于水中,定容至 500 mL,贮存于棕色瓶中。
- 4.1.17 酸性氯化亚锡溶液:400 g/L。称取 40 g($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 50 mL 盐酸(4.1.8)中,定容至 100 mL。
- 4.1.18 二乙氨基二硫代甲酸银(Ag-DDTC)吸收溶液:2.5 g/L。称取 2.5 g(精确到 0.002 g) Ag-DDTC 于干燥的烧杯中,加入 20 mL 三乙胺,加适量的三氯甲烷待完全溶解后,转入 1 L 容量瓶中,用三氯甲烷定容,于棕色瓶中存放在冷暗处。若有沉淀应过滤后使用。
- 4.1.19 砷标准工作溶液:1 mL 溶液含有 1.00 μg 砷,按 GB/T 602 配制。
- 4.1.20 硝酸溶液:1+1(体积比)。
- 4.1.21 氨水:1+1(体积比)。

4.2 仪器和设备

- 4.2.1 分光光度计。
- 4.2.2 砷化氢发生吸收装置。
- 4.2.3 玻璃砂坩埚:孔径 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。
- 4.2.4 电烘箱:温度能控制在 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 。

4.3 鉴别试验

4.3.1 铜离子的鉴别

称取 0.5 g 试样,加 20 mL 盐酸(4.1.9)溶解。取 1.0 mL 此溶液,加 0.5 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(4.1.1),加 0.5 mL 氢氧化钠溶液(4.1.2),加 1.0 mL 硫酸钠溶液(4.1.3),再加入 1.0 mL 乙酸乙酯溶液(4.1.4),振摇,有机相生成黄棕色。

4.3.2 氯离子的鉴别

取上述 5 mL 试验溶液,置于白色瓷板上,加硝酸银溶液(4.1.5),即有白色沉淀生成,在硝酸中不溶。

4.4 感官性状的检验

采用目测及嗅觉检验。

4.5 碱式氯化铜含量的测定

4.5.1 原理

试样用酸溶解,在微酸性条件下,加入适量的碘化钾与二价铜作用,析出等摩尔碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定析出的碘。从消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,计算出试样中

碱式氯化铜含量。

4.5.2 分析步骤

称取约 0.2 g 试样(准确至 0.000 1 g),置于 250 mL 碘量瓶中,加入 5.0 mL 盐酸(4.1.9)溶解,加入 4 mL 冰乙酸(4.1.7),加 2 g 碘化钾(4.1.6),摇匀后,于暗处放置 10 min。用硫代硫酸钠标准溶液(4.1.11)滴定,直至溶液呈现淡黄色,加 3 mL 淀粉指示液(4.1.12)后呈蓝色,继续滴定至蓝色消失,即为终点。

4.5.3 分析结果的计算和表述

碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]$ 含量 ω_1 (以质量分数计,数值以%表示)按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{c \times V \times 0.1068}{m} \times 100 = \frac{10.68 \times V \times c}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

碱式氯化铜(以 Cu 计)含量 ω_2 (以质量分数计,数值以%表示)按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{c \times V \times 0.06355}{m} \times 100 = \frac{6.355 \times V \times c}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

计算结果表示至小数点后两位。

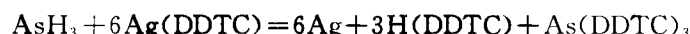
4.5.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

4.6 砷含量的测定

4.6.1 原理

样品经酸消解,使砷以离子状态存在,经氯化亚锡将高价砷还原为三价砷,然后被锌粒和酸产生的新生态氢还原为砷化氢。在密闭装置中,被二乙氨基二硫代甲酸银(Ag-DDTC)的三氯甲烷溶液吸收,形成黄色或棕红色银溶胶,其颜色深浅与砷含量成正比,用分光光度计比色测定。形成胶体银的反应如下:



4.6.2 分析步骤

称取 0.500 g(准确至 0.001 g)试样,置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸(4.1.9)溶解,加水 20 mL,1.5 g 碘化钾(4.1.6),盖上表面皿;放置 5 min 后,加 0.2 g L-抗坏血酸(4.1.14)使之溶解,移入 50 mL 容量瓶中作为检测液,摇匀。分取 25 mL 检测液,置于砷化氢发生装置(4.2.2)中,加水 10 mL,加 10 mL 盐酸(4.1.10),摇匀。加入 1 mL 碘化钾溶液(4.1.16),放置 10 min,加入 1 mL 氯化亚锡溶液(4.1.17)至溶液无色,摇匀,放置 15 min。准确吸取 5.00 mL Ag-DDTC 吸收液(4.1.18)于吸收瓶中,连接好砷化氢发生吸收装置[勿漏气,导管塞有膨松的乙酸铅(4.1.13)棉花]。从发生装置(4.2.2)侧管迅速加入 2.5 g 无砷锌粒(4.1.15),反应 30 min,当室温低于 15℃时,反应延长至 45 min。反应中轻摇发生瓶 2 次,反应结束后,取下吸收瓶,用吸收溶液(4.1.18)定容至 5 mL,摇匀(避光时溶液颜色稳定 2 h)。以吸收溶液(4.1.18)为参比,在 520 nm 处,用 1 cm 比色池测定。同时于相同条件下,做试剂空白试验。

注:Ag-DDTC 吸收液系有机溶液,凡与之接触器皿务必干燥。

4.6.3 标准曲线绘制

准确吸取砷标准工作溶液(1.0 μg/mL)0.00,1.00,2.00,5.00,10.00 mL 于发生瓶中,加 10 mL 盐酸(4.1.10),加水稀释至 45 mL,加入 1 mL 碘化钾溶液(4.1.16),以下按 4.6.2 规定步骤操作,测其吸光度,求出回归方程各参数或绘制出标准曲线。

4.6.4 分析结果的计算和表述

砷(As)含量 ω_3 (以质量分数计,数值以%表示)按式(3)计算:

$$\omega_3 = \frac{m_1 \times V_1}{m \times V_2 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——测试液中含砷量,单位为毫克(mg);

V_1 ——试剂消解液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示至小数点后四位。

4.6.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差值 $\leq 15\%$ 。

4.7 铅含量的测定(原子吸收分光光度法)

称取约 10 g 试样(准确至 0.01 g),加入 10 mL 水和 25 mL 硝酸溶液(4.1.20),使试样溶解。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。以下按 GB/T 13080 执行。

4.8 镉含量的测定(原子吸收分光光度法)

称取约 10 g 试样(准确至 0.01 g),加入 10 mL 水和 25 mL 硝酸溶液(4.1.20),使试样溶解。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。以下按 GB/T 13082 执行。

4.9 酸不溶物含量的测定

4.9.1 方法提要

将试样溶于酸后,经过滤、洗涤、干燥、称量。

4.9.2 测定步骤

称取约 10 g 试样(准确至 0.000 2 g),置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 盐酸(4.1.10)至试样溶解,用预先在 105℃~110℃ 下烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤滤渣至洗液无色,并以氨水(4.1.21)检查无铜离子反应时为止。将玻璃砂坩埚置于烘箱内在 105℃~110℃ 下烘干至质量恒定,取出置于干燥器中冷却后称量。

4.9.3 分析结果的计算和表述

酸不溶物含量 ω_4 (以质量分数计,数值以%表示)按式(4)计算:

$$\omega_4 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——干燥后残渣的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

4.9.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

4.10 细度的测定

4.10.1 方法提要

用筛分法测定筛下物含量。

4.10.2 分析步骤

称取 50 g 试样(准确至 0.1 g)。置于试验筛中进行筛分,将筛下物称量(称准至 0.1 g)。

4.10.3 分析结果的计算和表述

细度 ω_5 (以质量分数计,数值以%表示)按式(5)计算:

$$\omega_5 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——筛下物的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后一位。

4.10.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于0.1%。

5 检验规则

5.1 采样方法

按 GB/T 14699.1 进行。

5.2 出厂检验

5.2.1 批

以同班、同原料产品为一批,每批产品进行出厂检验。

5.2.2 出厂检验项目

感官性状、细度、铜含量。

5.2.3 判定方法

以本标准的有关试验方法 and 要求为依据,对抽取样品按出厂检验项目进行检验。检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新加倍抽样进行复检,复检结果如仍有任何一项不符合标准要求,则判定该批产品为不合格产品,不能出厂。

5.3 型式检验

5.3.1 有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 改变配方或生产工艺;
- b) 正常生产每半年或停产半年后恢复生产;
- c) 国家技术监督部门提出要求时。

5.3.2 型式检验项目

为本标准第3章规定的全部项目。

5.3.3 判定方法

以本标准的有关试验方法 and 要求为依据。检验结果如有一项不符合本标准要求时,应加倍抽样复检,复检结果如仍有一项不符合本标准要求时,则判型式检验不合格。

6 标签、包装、运输、贮存

6.1 标签

饲料添加剂碱式氯化铜包装袋上应有牢固清晰的标志,内容按 GB 10648 的规定执行。

6.2 包装

饲料添加剂碱式氯化铜采用多层复合纸袋包装。

6.3 运输

饲料添加剂碱式氯化铜在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮,不得与有毒有害物品混运。

6.4 贮存

饲料添加剂碱式氯化铜应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混存。

饲料添加剂碱式氯化铜在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,该产品从生产之日起保质期为24个月。