ICS 65.120
CCS B 46

团 体 标 准

T/CFIAS 3034—2025

饲料添加剂 柠檬酸铜

Feed additive—Cupric citrate

2025-7-22 发布 2025-8-15 实施

中国饲料工业协会 发布

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国饲料工业协会团体标准技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：四川省畜牧科学研究院、四川省畜科集团有限公司、全国畜牧总站、四川省饲料工作总站、四川畜科生物发展有限公司、四川农业大学、西南科技大学、西南大学、扬州大学。

本文件主要起草人：晏家友、李书伟、汤文杰、刁慧、黄崇波、胡兴平、唐恋超、王荃、杨正楠、赵立军、邝声耀、张锦秀、贾刚、周建、张龚炜、胥蕾、汪卫东、陈朝晖、白国勇、张杰、周梦佳、何鹏、王天蔚、胡睿琪、钟呈波、周凤洁、何丹、曾馨、杨海琼、晏良超、王永生、高平、廖长清、洪亮、谭德志、王亮。

饲料添加剂 柠檬酸铜

1 范围

本文件给出了柠檬酸铜的化学名称、分子式和相对分子质量，规定了饲料添加剂柠檬酸铜技术要求、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了取样和试验方法。

本文件适用于以柠檬酸与碱式碳酸铜为原料，经化学反应制得的饲料添加剂柠檬酸铜。

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 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法

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 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—2021 饲料中镉的测定 石墨炉原子吸收光谱法

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 学名称、分子式和相对分子质量

化学名称：柠檬酸铜

分子式：$C_6H_4O_7Cu_2\cdot 2.5H_2O$

相对分子质量：360.22（按2022年国际相对原子质量）

5 技术要求

5.1 外观与性状

绿色至蓝绿色粉末，无嗅。

5.2 鉴别

铜离子和柠檬酸根离子的鉴别分别呈正反应。

5.3 理化指标

应符合表1规定。

表1 理化指标

项 目	指 标
柠檬酸铜（$C_6H_4O_7Cu_2 \cdot 2.5H_2O$）/%	98.0～104.0
铜（Cu）/%	34.5～36.7
柠檬酸盐（以 $C_6H_5O_7^{3-}$ 计）/%	≥51.0
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤4
铅（Pb）/（mg/kg）	≤5
汞（Hg）/（mg/kg）	≤0.2
镉（Cd）/（mg/kg）	≤0.1
硫酸盐（以 SO_4^{2-} 计）/%	≤0.5
粒度（250 μm 孔径试验筛通过率）/%	≥98.0

6 取样

按GB/T 14699规定执行。

7 试验方法

7.1 外观与性状

取适量试样放置于清洁、干燥的白瓷盘内，于自然光线下观察其色泽和状态，嗅其味。

7.2 鉴别

7.2.1 试剂或材料

7.2.1.1 硝酸溶液：1+3。
7.2.1.2 硫酸汞溶液：称取 30 g 硫酸汞，加 100 mL 水溶解。
7.2.1.3 高锰酸钾溶液：称取 3 g 高锰酸钾，加 100 mL 水溶解。
7.2.1.4 亚铁氰化钾溶液（100 g/L）：称取 10 g 亚铁氰化钾，加 100 mL 水溶解。

7.2.2 仪器设备

7.2.2.1 分析天平：精度 0.01 g。
7.2.2.2 电热板。

7.2.3 铜离子

称取试样0.25 g（精确至 0.01 g），加10 mL水，加0.5 mL亚铁氰化钾溶液（7.2.1.4），振摇。若产生红棕色沉淀，表明试样中含铜离子。

7.2.4 柠檬酸根

称取试样0.5 g（精确至 0.01 g），溶于2.5 mL硝酸溶液（7.2.1.1）中，加10 mL水，再加1 mL硫酸汞溶液（7.2.1.2），加热至沸腾，然后加1 mL高锰酸钾溶液（7.2.1.3）。若产生白色沉淀，表明试样中含柠檬酸根。

7.3 柠檬酸铜和铜

7.3.1 原理

在酸性条件下，碘化钾与二价铜离子作用析出等摩尔碘，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，根据消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，计算试样中柠檬酸铜和铜含量。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1　碘化钾。
7.3.2.2　盐酸溶液：1+1。
7.3.2.3　硫代硫酸钠标准滴定溶液[c（$Na_2S_2O_3$）=0.1 mol/L]：按 GB/T 601 规定配制和标定。
7.3.2.4　淀粉指示剂（10 g/L）：称取 0.5 g 可溶性淀粉，加 10 mL 水，调成糊状，倒入 40 mL 沸水中调匀，煮沸。

7.3.3　仪器设备

7.3.3.1　分析天平：精度 0.000 1 g。
7.3.3.2　电热板。

7.3.4　试验步骤

平行做两份试验。称取试样0.5 g（精确至 0.000 1 g），置于250 mL碘量瓶中，加10 mL盐酸溶液（7.3.2.2）溶解，再加50 mL水和3 g碘化钾（7.3.2.1），摇匀，于暗处静置5 min，用硫代硫酸钠标准滴定溶液（7.3.2.3）滴定至溶液变成淡黄色时，加3 mL淀粉指示剂（7.3.2.4），继续滴定至蓝色消失，即为终点。同时做空白试验。

7.3.5　试验数据处理

试样中柠檬酸铜含量以质量分数W_1计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$W_1=\frac{(V-V_0)\times c\times 180.11}{m\times 1\,000}X100 \qquad (1)$$

式中：
V　——滴定试样溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
V_0　——滴定空白溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
c　——硫代硫酸钠标准滴定溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
180.11　——柠檬酸铜的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
m　——试样质量，单位为克（g）；
1000　——换算系数。

试样中铜含量以质量分数W_2计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$W_2=\frac{(V-V_0)\times c\times 63.55}{m\times 1\,000}X100 \qquad (2)$$

式中：
V　——滴定试样溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
V_0　——滴定空白溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
c　——硫代硫酸钠标准滴定溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
63.55　——铜的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
m　——试样质量，单位为克（g）；
1000　——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

7.3.6　精密度

在重复性条件下，两次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的0.5%。

7.4　柠檬酸盐

7.4.1　原理

在酸性条件下，柠檬酸根与三价铁离子生成黄色络合物，络合物颜色的深浅与柠檬酸盐浓度成正比。

7.4.2　试剂或材料

7.4.2.1　柠檬酸钠：≥99.5%。

7.4.2.2 10%硫酸高铁铵溶液：称取 10 g 硫酸高铁铵，加 100 mL 水溶解。
7.4.2.3 盐酸溶液：1+2。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 分析天平：精度 0.000 1 g。
7.4.3.2 恒温干燥箱：精度±2 ℃。
7.4.3.3 紫外可见分光光度计：波长精度±2 nm。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 标准曲线绘制

将柠檬酸钠（7.4.2.1）于180 ℃烘至恒重。称取0.341 g，加水溶解，定容至250 mL。分别准确移取0.5 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL柠檬酸钠溶液于25 mL容量瓶中，配制成分别含柠檬酸根0.5 mg、1 mg、2 mg、3 mg、4 mg、5 mg的溶液，各加0.5 mL硫酸高铁铵溶液（7.4.2.2），用水定容，摇匀，空白调零。5 min后在400 nm处分别测定吸光度。以柠檬酸根质量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.4.4.2 试样测定

平行做两份试验。称取试样0.25 g（精确至0.000 1 g），置于250 mL锥形瓶中，加20 mL水和1 mL盐酸溶液（7.4.2.3）溶解，转至250 mL容量瓶，用水定容，混匀。移取5 mL试样溶液于25 mL容量瓶中，加0.5 mL硫酸高铁铵溶液（7.4.2.2），用水定容，摇匀，5 min后在400 nm处测定吸光度。

7.4.5 试验数据处理

试样中柠檬酸盐含量以质量分数W_3计，数值以%表示，按式（3）计算：

$$W_3=\frac{m_2\times 50}{m_1\times 1\,000}\times 100 \tag{3}$$

式中：

m_2 ——根据标准曲线得出的试样溶液中柠檬酸盐质量，单位为毫克（mg）；
50 ——稀释倍数；
m_1 ——试样质量，单位为克（g）；
1000 ——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

7.4.6 精密度

在重复性条件下，两次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的1%。

7.5 总砷

按GB/T 13079规定执行。

7.6 铅

按GB/T 13080规定执行。

7.7 汞

按GB/T 13081规定执行。

7.8 镉

按GB/T 13082—2021石墨炉原子吸收光谱法规定执行。

7.9 硫酸盐

7.9.1 原理

在酸性条件下，用氯化钡将硫酸根离子沉淀为硫酸钡，沉淀经过滤、洗涤和灼烧后称重，计算。

7.9.2 试剂或材料

7.9.2.1 盐酸。
7.9.2.2 氯化钡溶液：称取 10 g 氯化钡，加 100 mL 水溶解。
7.9.2.3 硝酸银溶液：称取 1.75 g 硝酸银，加 100 mL 水溶解。
7.9.2.4 定量滤纸。

7.9.3 仪器设备

7.9.3.1 分析天平：精度 0.000 1 g。
7.9.3.2 恒温水浴锅：精度±0.5 ℃。
7.9.3.3 马弗炉：精度±15 ℃。
7.9.3.4 电热板。

7.9.4 试验步骤

平行做两份试验。称取试样1 g（精确至0.000 1 g），置于烧杯中，加70 mL水，于沸水浴中加热，滴加盐酸（7.9.2.1）至试样溶解，过滤，加热至沸腾，加10 mL氯化钡溶液（7.9.2.2），在沸水浴中保温2 h，取出加盖，放置过夜。滤液用定量滤纸过滤，再用热水冲洗滤渣，直至用硝酸银溶液（7.9.2.3）检验滤液无白色沉淀产生。将滤纸同滤渣移入已灼烧至恒重的坩埚（m_4）中，在电热板上小火炭化后，于600 ℃灼烧4 h，称重（m_5）。

7.9.5 试验数据处理

试样中硫酸盐含量以质量分数W_4计，数值以%表示，按式（4）计算：

$$W_4 = \frac{(m_5 - m_4) \times 0.412}{m_3} \times 100 \qquad (4)$$

式中：

m_5 ——灼烧残渣加坩埚质量，单位为克（g）；
m_4 ——恒重坩埚质量，单位为克（g）；
0.412 ——硫酸钡与硫酸根的转换系数；
m_3 ——试样质量，单位为克（g）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

7.9.6 精密度

在重复性条件下，两次测定结果的绝对差值不大于0.05%。

7.10 粒度

按 GB/T 5917.1 规定执行。

8 检验规则

8.1 组批

以相同材料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批，但每批产品不应超过2 t

8.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、柠檬酸铜、铜和粒度。

8.3 型式检验

型式检验项目应为第5章规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年至少进行一次型式检验。有下列情况之一，应进行型式检验：

a) 产品定型投产时；
b) 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
c) 停产 3 个月以上，重新恢复生产时；
d) 出厂检验结果与上一次型式检验结果有较大差异时；
e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所检项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检。若复检结果即使有一项指标仍不符合本文件规定，则判定该批次产品不合格。

8.4.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中修约值比较法执行。

9 标签、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

按GB 10648规定执行。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、密封。

9.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混运。

9.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混储。

9.5 保质期

未开启包装的产品，在本文件规定的运输、贮存条件下，自生产之日起的保质期应与标签中标明的保质期保持一致。