

团 体 标 准

T/CFIAS 6029—2026

饲料添加剂有机铜中总铜和游离铜的测定

Determination of total copper and free copper in feed additive organic copper

2026-04-09 发布

2026-05-09 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：南宁市泽威尔饲料有限责任公司、广西壮族自治区饲料监测所、广西壮族自治区畜牧站、中粮工科检测认证有限公司、广州天科生物科技有限公司、四川吉隆达生物科技集团有限公司、广东兴腾科生物科技有限公司。

本文件主要起草人：周建群、莫伟宇、杨正业、黄桂江、韦荣群、杨林、岑志发、卜泽明、刘昨、韦纬、卢丽枝、吴觉文、肖琴、段静娜、章礼胜、许力干、黄润均、黄小燕、莫锦华、蒋小兵、何若、周翠玲、苏志锐、李雪文、李家军、代小微、邱桂雄、何莉莉、夏梦琳、刁慧玲。

饲料添加剂有机铜中总铜和游离铜的测定

1 范围

本文件描述了饲料添加剂有机铜中总铜和游离铜的测定方法。
本文件适用于饲料添加剂有机铜。
本文件游离铜的检出限为25 mg/kg, 定量限为82 mg/kg。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 13885—2017 饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法
GB/T 20195 动物饲料试样的制备
GB/T 21187 原子吸收分光光度计

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

饲料添加剂有机铜 feed additive organic copper

铜元素与有机物(如蛋白质、氨基酸、有机酸等)结合形成的用作饲料添加剂的有机金属化合物。
注:允许使用的饲料添加剂有机铜为农业农村部公布的《饲料添加剂品种目录》中规定的品种以及增补的品种。

4 总铜

4.1 原理

试样经硝酸和盐酸消解后,在pH值为5的条件下,试样溶液中的铜离子与乙二胺四乙酸二钠络合,以1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示滴定终点,根据消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积计算总铜含量。

4.2 试剂或材料

警示:试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时应小心谨慎,并采取适当的安全和防护措施。
除非另有规定,仅使用分析纯试剂。所用标准滴定溶液应按照GB/T 601的规定制备。

4.2.1 水:GB/T 6682,三级。

4.2.2 硝酸。

4.2.3 盐酸。

4.2.4 氨水溶液:量取10 mL氨水加入90 mL水中,混匀。

4.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=5):称取82 g乙酸钠,加25 mL冰乙酸,用水稀释至200 mL,混匀。

4.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA-2Na)标准滴定溶液(0.02 mol/L):按GB/T 601的规定配制和标定。或购买有证标准滴定溶液。

4.2.7 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚(PAN)指示剂:称取0.2 g PAN,加100 mL乙醇,溶解,混匀。

4.3 仪器设备

4.3.1 分析天平：精度 0.000 1 g。

4.3.2 酸式滴定管：50 mL。

4.4 样品

按GB/T 20195 制备试样，不少于200 g，粉碎使其全部通过孔径为0.425 mm的分析筛，充分混匀，装入密封容器中，备用。

4.5 试验步骤

4.5.1 试样溶液制备

平行做两份试验。称取试样0.1 g~0.3 g（精确至0.000 1 g，含铜约24 mg），置于250 mL锥形瓶中，加3 mL硝酸（4.2.2）和3 mL盐酸（4.2.3），摇匀，加热消化至近干，冷却后，加入20 mL水，加热至近干，冷却后加80 mL水稀释，得试样溶液。

4.5.2 测定

试样溶液（4.5.1）用氨水溶液（4.2.4）调至浅蓝色，加入10 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液（4.2.5）和3滴PAN指示剂（4.2.7），加热煮沸，趁热用EDTA-2Na标准滴定溶液（4.2.6）滴定至溶液由紫红色变为绿色，即为终点。同时做空白试验。

4.5.3 试验数据处理

试样中总铜的含量以质量分数 w_1 计，数值以百分数（%）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{C_1 \times (V_1 - V_0) \times 63.546}{m_1 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- C_1 ——EDTA-2Na 标准滴定溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V_1 ——试样消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_0 ——空白消耗 EDTA-2Na 标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- 63.546 ——铜的原子量，单位为克每摩尔（g/mol）；
- m_1 ——试样的质量，单位为克（g）；
- 1000 ——换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留 3 位有效数字。

4.5.4 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的3%。

5 游离铜

5.1 原理

游离铜溶于甲醇，有机铜不溶于甲醇。试样中的游离铜用甲醇提取，原子吸收分光光度计在324.8 nm处测定吸光度，与标准曲线的吸光度比较定量。

5.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。所用标准溶液应按照 GB/T 602 的规定制备。

5.2.1 甲醇。

5.2.2 盐酸溶液：量取 50 mL 盐酸，加水稀释至 1 000 mL，混匀。

5.2.3 铜标准储备溶液（0.1 mg/mL）：按照 GB/T 602 的规定制备。或购买有证标准溶液。

5.2.4 铜标准中间溶液（20 μ g/mL）：准确移取铜标准储备溶液（5.2.3）20 mL 于 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液（5.2.2）稀释、定容，混匀。临用现配。

5.2.5 铜标准系列溶液：分别准确移取铜标准中间溶液（5.2.4）0 mL、2 mL、5 mL、10 mL、20 mL 和铜标准储备溶液（5.2.3）10 mL，分别置于 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液（5.2.2）稀释、定容，混匀，

配制成质量浓度分别为 0 μg/mL、0.4 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL、4 μg/mL、10 μg/mL 铜标准系列溶液。

5.3 仪器设备

5.3.1 原子吸收分光光度计：Cu 空心阴极灯或无极放电灯，带有空气-乙炔火焰和背景校正功能。精度和稳定性符合 GB/T 21187。

5.3.2 分析天平：精度 0.000 1 g。

5.3.3 离心机：转速不低于 3 000 r/min。

5.3.4 振荡器：振荡频率 0~300 次/分，振荡幅度 20 mm。

5.4 样品

按 GB/T 20195 制备试样，不少于 200 g，粉碎使其全部通过孔径为 0.425 mm 的分析筛，充分混匀，装入密封容器中，备用。

5.5 试验步骤

5.5.1 游离铜提取

平行做两份试验。称取试样约 0.5 g（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 离心管中，准确加入 20 mL 甲醇（5.2.1， V_2 ），塞紧盖子，置振荡器（5.3.3）上振摇 20 min，于 3 000 r/min 下离心 5 min。准确移取 1 mL 上清液（ V_3 ）于 50 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀，得试样溶液（ V_4 ）。同时做空白试验。

5.5.2 游离铜测定

按照 GB/T 13885—2017 中 8.6 的规定，测定铜标准系列溶液（5.2.5）和试样溶液（5.5.1）在 324.8 nm 处的吸光度。以吸光度为纵坐标，铜的质量浓度为横坐标，绘制标准曲线。相关系数应不低于 0.99。

5.5.3 试验数据处理

试样中游离铜含量以质量分数 w_2 计，数值以 mg/kg 表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_2 \times V_4 \times 1000}{m_2 \times V_3 \times 1000} \quad (2)$$

式中：

ρ_1 ——由标准曲线查得试样溶液中铜的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

ρ_0 ——空白溶液中铜的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_2 ——甲醇提取液体积，单位为毫升（mL）；

V_4 ——试样溶液体积，单位为毫升（mL）；

1000 ——单位换算系数；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

V_3 ——移取上清液体积，单位为毫升（mL）。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留 2 位有效数字。

5.5.1 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 15%。

