

中华人民共和国国家标准

饲料添加剂 第 3 部分  
矿物元素及其络（螯）合物 碱式氯化铜

编制说明（公开征求意见稿）

《饲料添加剂 第 3 部分 矿物元素及其络（螯）合物 碱式氯化铜》

标准起草工作组

2024 年 3 月

# 中华人民共和国国家标准

## 饲料添加剂 第3部分

### 矿物元素及其络（螯）合物 碱式氯化铜

#### 编制说明

#### 一、工作简况

##### 1 任务来源

根据全国饲料工业标准化技术委员会制修订国家标准计划，长沙兴嘉生物工程股份有限公司承担了主持修订国标“饲料添加剂 第3部分 矿物元素及其络（螯）合物 碱式氯化铜”的任务，项目计划编号为 20230444-Q-326。

本标准起草单位为：长沙兴嘉生物工程股份有限公司、湖南省兽药饲料监察所、国家饲料质量检验检测中心（武汉）、昕嘉生物技术（长沙）有限公司。

主要起草人：黄逸强、隆雪明、王思思、洪双胜、周长虹、彭红星、孙毅、江中秀、夏赞钦、蒋小军、黎勇、杨彦宁、桑诚诚、周汝顺。

##### 2 标准修订背景

碱式氯化铜[Copper chloride hydroxide,  $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ]，是一种新型的饲料铜源添加剂，含铜量高达 58.12%，产品本身稳定性好，流动性较好，并能显著提高饲料和动物组织中维生素、脂肪的稳定性，提高饲料利用率。碱式氯化铜为国家饲料添加剂品种目录内产品，适用范围为所有养殖动物。根据中华人民共和国农业部公告（第 2625 号）《饲料添加剂安全使用规范》，碱式氯化铜在配合饲料或全混合日粮中的推荐添加量（以元素计）为猪 2.6~5 mg/kg，鸡 0.3~8 mg/kg。

研究表明，碱式氯化铜具有相对较高的生物安全性与生物学效价。目前常用的制备方法是以含铜蚀刻液为原料，经过除杂、过滤、反应合成、脱水、干燥、筛分、包装等过程生产碱式氯化铜，此法可综合利用资源，既得到饲料添加剂，又可把铜沉淀后的氯化铵母液调整后，继续用于印刷电路板的生产，消除了环境污染，给生产厂家带来了很好的社会效益、经济效益，对电子工业和饲料工业的可持续发展具有重要的现实意义。碱式氯化铜已取得我国农业部颁发的新饲料添加剂证书。

国内外有关碱式氯化铜对动物生产性能的影响做了不少研究，Miles 等研究表明，碱式氯化铜与硫酸铜对肉鸡的生物学效价相似，而且根据饲料行业提供的铜添加水平来使用碱式氯化铜，对禽类的生长性能没有产生任何不良作用，说明碱式氯化铜的生物安全性较高。Cromwell 等通过 3 个试验研究表明，与饲料中不添加铜的对照组相比，断奶仔猪饲料中添加碱式氯化铜或硫酸铜(铜水平为 200 mg/kg)都可以改善仔猪的生长性能，其中碱式氯化铜可以为仔猪提高 8% 的生长速率，5% 的采食量，说明碱式氯化铜也可以作为一种有效促进仔猪生长的饲料铜源添加剂。该研究还表明，碱式氯化铜在饲料中铜添加水平分别为 100 mg/kg 和 200 mg/kg 时，仔猪的生长性能相似，可以说明用低浓度的碱式氯化铜替代高浓度的硫酸铜，能起到同样的促生长效果。Liu 等在蛋鸡上研究表明，碱式氯化铜的生物学效价高于硫酸铜，节约了饲料中铜的添加量：以碱式氯化铜为铜源时，饲料中铜的最佳添加量（基于产蛋量）为 195 mg/kg，而以硫酸铜为铜源时，最佳添加量为 260 mg/kg。Engle 与 Spears 研究表明，当育肥牛饲料中铜水平为 20 mg/kg 时，在育肥期前 84 d 碱式氯化铜组育肥牛的日增重与饲料效率都显著高于硫酸铜组，但是在整个肥育阶段结束后，不同铜源之间的生长性能没有显著差异。Arthington 等研究表明碱式氯化铜可以有效地提高牛的干物质采食量（dry matter intake, DMI）。Spears 等研究表明，当饲料铜水平为 10 mg/kg 时，碱式氯化铜较硫酸铜可以显著提高牛的血浆铜水平。Sefa 等报道，碱式氯化铜能改善饲料中黄曲霉毒素造成血铜、血清蛋白和饲料转化率的影响。Pang 等通过传统培养和凝胶梯度电泳(PCR-DGGE)分析肉鸡回肠菌群多态性发现，但碱式氯化铜降低了肠道有害菌数量，并显著增加了回肠粘膜菌群的相似系数，说明了碱式氯化铜能改变肠道菌群的结构。

碱式氯化铜的主要生产使用厂家有：长沙兴嘉生物工程股份有限公司（5000 吨）、江苏蜀星饲料科技有限公司（1000 吨）、浙江奔乐生物科技股份有限公司、福建深纳生物工程有限公司、湖南德邦生物科技股份有限公司、昕嘉生物技术(长沙)有限公司（1000 吨）、湘潭云萃环保技术有限公司、株洲市中南饲料原料有限公司、深圳市环保科技集团股份有限公司、韶关鹏瑞环保科技有限公司（4000 吨）、清远市中宇环保实业有限公司（3000 吨）、深圳市东江饲料添加剂有限公司、广州科城环保科技有限公司、四川吉隆达生物科技集团有限公司（2200 吨），广东省润泰环境科技有限公司（300 吨）。

碱式氯化铜的市场需求量在不断提高，但是目前我国各个生产厂家由于生产水平的高低不一，导致产品质量参差不齐，造成市场混乱，好坏不分，这将极大地影响饲料微量元素添加剂的健康发展和整个畜禽业的发展。

随着市场需求量不断提升和消费者对碱式氯化铜的认识的不断加深，新的国家标准的建立对于规范产品质量，加强市场监管，引导行业的发展方向，促进进出口贸易，都具有非常重要的意义。

### 3 主要工作过程

2023年4月3日接到标准修订任务后，针对《饲料添加剂 第3部分 矿物元素及其络（螯）合物 碱式氯化铜》国家标准的具体修订工作进行认真的研究，确立了总体的工作方案，并于2023年4月成立标准编制小组，成员有长沙兴嘉生物工程股份有限公司、湖南省兽药饲料监察所、国家饲料质量检验检测中心（武汉）、昕嘉生物技术（长沙）有限公司。

标准起草过程：

2023年5月，起草工作组收集和查阅国内外相关标准和技术资料，并以电子邮件的形式向生产单位发函，调研我国饲料添加剂碱式氯化铜生产和应用现状等。在参照国外先进标准的基础上，结合目前国内企业产品的实际情况，初步确定标准的技术内容，撰写标准文本（工作组讨论一稿）和编制说明（工作组讨论一稿）的基本框架。

2023年5月23日，在长沙召开了《饲料添加剂 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 碱式氯化铜》国家标准修订工作方案会，参加会议的单位有长沙兴嘉生物工程股份有限公司、湖南省兽药饲料监察所、国家饲料质量检验检测中心（武汉）、昕嘉生物技术（长沙）有限公司、深圳市宝安东江环保技术有限公司、深圳市环保科技集团股份有限公司。与会代表对标准项目的设置、项目的指标、分析方法及标准涉及到的相关内容进行了认真仔细的讨论，拟定了标准修订工作方案。

2023年5月至2023年11月，根据启动会确定的研究思路、研究内容以及前期行业调研情况，收集样品，开展实验。对试验方法进行验证，形成标准文本（定向征求意见稿）和编制说明（定向征求意见稿）。

2023年11月至2024年1月，完成定向征求专家意见汇总，发函单位40个

回函单位 20 个，未回函单位 20 个，提出意见单位 19 个，无意见单位 1 个。共提出意见 96 条，采纳 78 条，部分采纳或不采纳 18 条。

2024 年 2 月 5 日，进行标准预审会议，针对专家提出的修改意见做进一步修改，形成标准文本（公开征求意见稿）和编制说明（公开征求意见稿）。

## 二、编制原则、强制性国家标准主要技术要求的依据

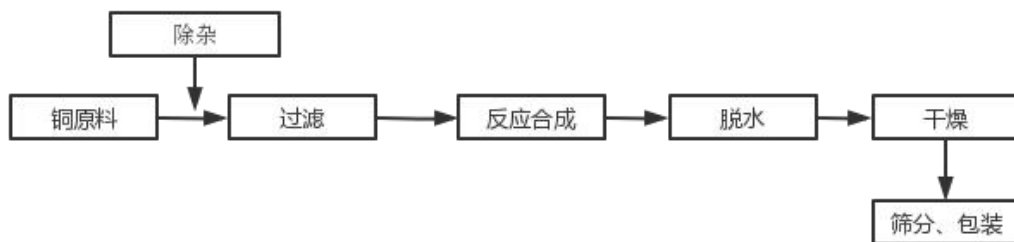
### 1 基本原则

在原国家标准 GB/T 21696-2008《饲料添加剂 碱式氯化铜》的基础上，积极采用国际标准和国外先进国家标准，同时结合我国生产企业及用户要求，以有利于促进技术进步，提高产品质量；有利于合理利用资源，提高经济效益；符合用户要求，保护消费者利益，促进对外贸易为原则修订新国标。

文本编写，遵循“GB/T 1.1-2020 标准化工作导则 第一部分：标准化文件的结构和起草规则”“GB/T 20001.4-2015 标准编写规则 第四部分：试验方法标准”，“GB/T 20001.10-2014 标准编写规则 第 10 部分：产品标准”等技术文件的要求编写。

### 2 生产工艺

碱式氯化铜是近年来在国内外发展较快的新型饲料添加剂，目前，碱式氯化铜的合成以含铜原料经化学合成制备而成。



### 3 主要技术内容修订确定的依据

3.1 国内生产企业及用户要求。

3.2 国内外相关标准：原国家标准 GB/T 21696-2008《饲料添加剂 碱式氯化铜》、《Application for Renewal of Authorisation of Dicopper Chloride Trihydroxide (3b409) as a Feed Additive for All Animal Species》、《Ingredient Definitions Committee Meeting

10/5/18 Recommendations & Minutes》。

3.3 国内主要生产企业企业标准。

3.4 修标过程中的试验验证数据。

#### 4 标准主要修订内容

本次修订标准的指标项目主要参照原国家标准 GB/T 21696-2008《饲料添加剂 碱式氯化铜》和目前主要生产企业企标及用户要求设置，经修标方案会讨论，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下，见表 1。

表 1 主要修订内容

原 GB/T 21696-2008		修订后标准		修订理由
封面、前言		封面、前言、引言		编辑性修改
1 范围 本文件适用于饲料添加剂碱式氯化铜。		1范围 本文件适用于由含铜原料,经化学合成而成的饲料添加剂碱式氯化铜。		根据现有实际生产工艺,进行修订
2 规范性引用文件 略。		2 规范性引用文件 略。		适应性修改
无		3 术语和定义 本文件没有需要界定的术语和定义。		编辑性修改
1 范围 分子式: $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ 相对分子质量: 213.56 (按2001年国际相对原子量计算)		4 化学名称、分子式和相对分子质量 化学名称: 碱式氯化铜 分子式: $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ 相对分子质量: 213.56 (按2022年国际相对原子量计算)		添加化学名称,更新国际相对原子量至2022年
3 要求 3.1 感官要求 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。		5 技术要求 5.1外观与性状 浅绿色至墨绿色粉末或颗粒。		根据现有产品实际情况修订颜色,删除不恰当外观与性状表述
3.2 技术要求	碱式氯化铜 ( $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ) /%: $\geq 98.0$	5.2 理化指标	碱式氯化铜 ( $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ) /%: $\geq 98.0$	无变化
	铜 (Cu) /%: $\geq 58.12$		铜 (Cu) /%: $\geq 58.12$	无变化
	无		氯 (Cl) /%: 16.0~17.5	为产品主要组成成分,防止掺假,新增指标值
	无		水溶性氯化物 (以Cl计) (质量分数) /%: $\leq 0.50$	水溶性氯化物是影响产品品质的重要指标,新增指标值

表 1 (续) 主要修订内容

原 GB/T 21696-2008		修订后标准		修订理由
3.2 技术要求	无	5.2 理化 指标	干燥失重/%: ≤0.50	干燥失重是影响产品品质的重要指标新增指标值
	细度(0.25 mm试验筛通过率) /%: ≥95.0		粒度(0.25 mm试验筛通过率) /%: ≥95.0	更新细度为粒度指标
	酸不溶物/%: ≤0.2		无	酸不溶物对动物无害且碱式氯化铜产品纯度较高, 设置该指标无意义, 删除指标值
	总砷/(mg/kg): ≤20.0	5.3 卫生 指标	总砷/(mg/kg): ≤15.0	根据产品的实际检测值, 收窄指标值
	铅/(mg/kg): ≤10.0		铅/(mg/kg): ≤10.0	无变化
	镉/(mg/kg): ≤3.0		镉/(mg/kg): ≤3.0	无变化
无	汞/(mg/kg): ≤0.2		原料可能引入汞污染, 便于产品出口, 新增指标值	
4.1 试剂和溶液		调整各试剂和溶液至对应试验方法前。		编辑性修改
4.2 仪器		调整仪器至对应试验方法前。		编辑性修改
4.3 鉴别试验		7.3.2 鉴别方法		原方法无法检测, 使用新方法替换
4.3.1 铜离子的鉴别 乙二胺四乙酸二钠, 有机溶剂萃取法。		7.3.2.1 铜离子的鉴别 铜氨络合法。		
4.3.2 氯离子的鉴别 使用盐酸溶解试样(硝酸银沉淀法)。		7.3.2.2 氯离子的鉴别 使用硝酸溶液溶解试样(硝酸银沉淀法)。		原方法无法检测, 使用新方法替换
4.4 感官性状的检验 采用目视及嗅觉检验。		7.2 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。		本产品无特殊气味, 不需嗅觉检查
4.5 碱式氯化铜含量的测定 碘量法。		7.4 碱式氯化铜和铜 碘量法。 $M_1$ ——碱式氯化铜 $\{1/2[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]\}$ 的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M_1=106.8$ ); $M_2$ ——铜的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M_2=63.55$ )。		原方法计算公式错误
无		7.5 氯 平行做两份试验。准确称取试样 0.2 g (精确至 0.0001 g), 至于烧杯中, 加入 4 mL 硝酸溶液, 使试样溶解。以下按 GB/T 3050 的规定执行。		新增指标值, 同步新增试验方法

表 1 (续) 主要修订内容

原 GB/T 21696-2008	修订后标准	修订理由
无	7.6 水溶性氯化物 平行做两份试验。准确称取试样 5 g (精确至0.0001 g), 于250 mL 锥形瓶中, 准确加入100 mL水, 混匀, 200 r/min振荡30 min, 用滤纸过滤, 弃去最初滤液约10 mL, 准确移取50 mL滤液待用。以下按GB/T 3050 的规定执行。	新增指标值, 同步新增试验方法
无	7.7 干燥失重 按照 GB/T 6435 的规定执行。	新增指标值, 同步新增试验方法
4.6 砷含量的测定 (原子吸光光度法) 比色法。	7.9 总砷 按照 GB/T 13079 的规定执行。	方法更新为通用国标方法
4.7 铅含量的测定 (原子吸光光度法) 前处理, 以下按GB/T 13080的规定执行。	7.10 铅 前处理, 以下按 GB/T 13080 的规定执行。	无变化
4.8 镉含量的测定 称取约10 g试样(准确至0.01 g), 加10 mL水和25 mL硝酸溶液使试样溶解。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。	7.11 镉 按照 GB/T 13082 的规定执行。	方法更新为通用国标方法
无	7.12 汞 按GB/T 13081的规定执行。	新增指标值, 同步新增试验方法
4.9 酸不溶物含量的测定 酸溶解后, 用热水洗涤滤渣至洗液无色, 并以氨水检查无铜离子反应时为止。烘干至质量恒定, 冷却后称量。	无	删除指标值, 同步删除试验方法
4.10 细度的测定 用筛分法测定筛下物含量。	7.8 粒度 按GB/T 5917.1的规定执行。	更新指标值, 同步更新试验方法
5 检验规则 5.1 采样 按 GB/T 14699.1 的规定执行。	6 采样 按GB/T 14699的规定执行。	原引用标准方法更新
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。	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1批, 但每批产品不得超过 60 t。	根据实际生产厂家调研 新增组批吨重



表 1 (续) 主要修订内容

原 GB/T 21696-2008	修订后标准	修订理由
5.2.2 出厂检验项目 感官、铜 (Cu)、细度。	8.2 出厂检验 外观与性状、铜 (Cu)、粒度。	根据指标值更新
5.2.3 判定规则	8.4 判定规则 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。	新增修约比较法
5.3 型式检验	8.3 型式检验	编辑性调整
6 标签、包装、运输、保质期 6.1 标签 略。	6 标签、包装、运输、贮藏和保质期 9.1 标签 略。	编辑性调整
6.2 包装 多层复合纸袋包装。	9.2 包装 包装材料应无毒、无害、防潮、避光、密封。	根据实际包装材料使用，扩大包装材料范围
6.3 运输 略。	9.3 运输 略。	编辑性调整
6.4 贮藏 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。	9.4 贮藏 贮存时防止日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混储。	编辑性调整
6.4 贮藏 饲料添加剂碱式氯化铜在符合本标准包装、运输和贮存条件下，该产品从生产之日起保质期为 24 个月。	9.5 保质期 未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，产品保质期与标签中标明的保质期一致。	根据实际情况参照同类型标准，不规定具体保质期期限

## 4.1 范围

**编辑性调整：**将原国标中的分子式和相对分子移至标准第四章“化学名称、分子式和相对分子质量”

**细化标准的适用范围：**根据生产企业现使用原料及生产工艺情况，将原标准的“本文件适用于饲料添加剂碱式氯化铜”，修订为“本文件适用于由含铜原料，经化学合成而成的饲料添加剂碱式氯化铜”。对添加剂碱式氯化铜的原料及生产工艺进行规定。

## 4.2 主要指标变化

### 4.2.1 修订后指标项目及指标参数

**外观与性状：**浅绿色至墨绿色粉末或颗粒。

表2 理化指标

项目	指标
碱式氯化铜 ( $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ) /%	$\geq 98.0$
铜 (Cu) /%	$\geq 58.12$
氯 (Cl) /%	16.0~17.5
水溶性氯化物 (以 Cl 计) (质量分数) /%	$\leq 0.50$
干燥失重 /%	$\leq 0.50$
粒度 (0.25 mm 试验筛通过率) /%	$\geq 95.0$

表3 卫生指标

项目	指标
总砷 / (mg/kg)	$\leq 15.0$
铅 / (mg/kg)	$\leq 10.0$
镉 / (mg/kg)	$\leq 3.0$
汞 / (mg/kg)	$\leq 0.2$

#### 4.2.2 修订前后前指标项目及指标参数对比

指标参数方面,本次修订充分考虑现行标准在十多年的实施过程中生产及使用情况,充分考虑标准适用范围调整后,对设置的各项指标提出的具体要求。在原设置的七项指标外,结合生产工艺中可能存在或影响产品品质的因素,删除了酸不溶物指标,增加了氯、水溶性氯化物、干燥失重和汞的要求,修改了砷的指标要求,另外还修改产品细度指标修改为粒度指标,见表4。

表4 修订前后指标项目及指标参数对比表

项目	原 GB/T 21696-2008 指标	修订后标准指标	情况说明
外观与性状	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。	浅绿色至墨绿色粉末或颗粒。	删除非外观性状内容
碱式氯化铜 ( $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ) / (%)	$\geq 98.0$	$\geq 98.0$	无变化
铜 (Cu) / (%)	$\geq 58.12$	$\geq 58.12$	无变化
氯 (Cl) / (%)	--	16.0~17.5	新增指标值
水溶性氯化物 (以 Cl 计) / (%)	--	$\leq 0.50$	新增指标值
干燥失重 / (%)	--	$\leq 0.50$	新增指标值
粒度(0.25 mm 试验筛通过率)/%	$\geq 95.0$	$\geq 95.0$	新增指标值
酸不溶物 (质量分数) /%	$\leq 0.2$	--	删除指标值
总砷 / (mg/kg)	$\leq 20.0$	$\leq 15.0$	收窄指标值
铅 / (mg/kg)	$\leq 10.0$	$\leq 10.0$	无变化
镉 / (mg/kg)	$\leq 3.0$	$\leq 3.0$	无变化
汞 / (mg/kg)	--	$\leq 0.2$	新增指标值

### 4.3 主要试验方法变化

试验方法中，原国家标准的铜离子鉴别实验存在问题无法重现，因此修订为铜氨络合法；氯离子鉴别实验错误，进行修订；增加的氯、水溶性氯化物、干燥失重和汞的指标项目，同步补充对应的试样方法；总砷及铅原国标的试验方法与 GB/T 13079 及 GB/T 13082 一致，但存在一定的编辑性错误，因此修改为直接引用 GB/T 13079 及 GB/T 13082，见表 5。

表 5 修订前后试验方法对比表

项目	原 GB/T 21696-2008 试验方法	修订后标准试验方法	情况说明
外观与性状	目测	目测	无变化
铜离子的鉴别	乙二胺四乙酸二钠，有机溶剂萃取法	铜氨络合法。	新方法替换原错误方法
氯离子的鉴别	使用盐酸溶解试样（硝酸银沉淀法）	使用硝酸溶液溶解试样（硝酸银沉淀法）	新方法替换原错误方法
碱式氯化铜（ $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ）、铜（Cu）	碘量法	碘量法	修改公式错误
氯（Cl）	--	平行做两份试验。准确称取试样 0.2 g（精确至 0.0001 g），至于烧杯中，加入 4 mL 硝酸溶液，使试样溶解。以下按 GB/T 3050 的规定执行	新增指标值，同步新增试验方法
水溶性氯化物（以 Cl 计）	--	平行做两份试验。准确称取试样 5 g（精确至 0.0001 g），于 250 mL 锥形瓶中，准确加入 100 mL 水，混匀，200 r/min 振荡 30 min，用滤纸过滤，弃去最初滤液约 10 mL，滤液待用。以下按 GB/T 3050 的规定执行。	新增指标值，同步新增试验方法
干燥失重	--	按照 GB/T 6435 的规定执行。	新增指标值，同步新增试验方法
粒度（0.25mm 试验筛通过率）	称取 50g 试样(准确至 0.1g)。置于试验筛中进行筛分，将筛下物称量(称准至 0.1g)	按 GB/T 5917.1 的规定执行。	方法更新
酸不溶物	酸溶解后，用热水洗涤滤渣至洗液无色，并以氨水检查无铜离子反应时为止。烘干至质量恒定，冷却后称量。	--	删除指标值，同步新增试验方法
总砷	比色法	按照 GB/T 13079 的规定执行。	方法更新

表 5（续）修订前后试验方法对比表

项目	原 GB/T 21696-2008 试验方法	修订后标准试验方法	情况说明
铅	称取约10 g试样(准确至0.01 g),加10 mL水和25 mL硝酸溶液使试样溶解。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。	平行做两份试验。称取约10 g试样(精确至0.01 g),加10 mL水和25 mL硝酸溶液,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规定执行。	不变
镉	称取约10 g试样(准确至0.01 g),加10 mL水和25 mL硝酸溶液使试样溶解。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。	按照 GB/T 13082 的规定执行。	方法更新
汞	—	按照 GB/T 13081 的规定执行。	新增指标值,同步新增试验方法

#### 4.4 检验规则

##### 4.4.1 组批

除编辑性调整外,调研主要生产企业的实际生产 1 批次的产品重量,多数生产企业每批次生产重量不超过 60 t,新增并确认每批产品的重量,将组批由:“以同班、同原料产品为一批,每批产品进行出厂检验”修订为:“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 1 批,但每批产品不得超过 60 t”。

##### 4.4.2 出厂检验

由于技术指标中细度修改为粒度,因此出厂检验项目由“感官、铜(Cu)、细度”修订为:“外观与性状、铜(Cu)、粒度”。

##### 4.4.3 判定规则

针对试验计算得出的需修约各种数值,参照同类型标准,新增:“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”。

#### 4.5 标签、包装、运输、贮存和保质期

##### 4.5.1 包装

根据主要生产企业实际包装使用情况，现使用包装材料有多层复合纸袋、聚丙烯编织袋加聚乙烯内膜袋、聚丙烯外袋加聚乙烯内袋吨袋、单层聚乙烯袋等，同时相关企业反馈建议增加包装方式和包装袋材质。

本次标准修订后为，原推荐性标准变为强制性国家标准，从实际情况出发，考虑适用性，因此将原标准：“多层复合纸袋包装”修订为：“包装材料应无毒、无害、防潮、避光、密封”。

#### 4.5.2 保质期

各生产企业生产工艺存在部分差异，同样包装材料和包装方式同样存在差异，对于产品的保质期同样存在差异。对57个主要生产企业企业标准进行调研，保质期存在：3个月至24个月多种保质期设立。考虑本次标准修订后为，原推荐性标准变为强制性国家标准，考虑适用性，因此本次标准不规定固定的保质期期限。

因此将原标准“饲料添加剂碱式氯化铜在符合本标准包装、运输和贮存条件下，该产品从生产之日起保质期为24个月”修订为“未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，产品保质期与标签中标明的保质期一致”

### 5 技术指标及试验方法修订说明

#### 5.1 外观与性状

根据各厂家的样品实测外观，见图1，碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]$ 的外观性状在浅绿色至墨绿色渐进波动，市场上的碱式氯化铜产品有浅绿色、绿色、深绿色、墨绿色等颜色，非浅绿色和墨绿色两种颜色。因此将原标准中不严谨的产品颜色表述：“墨绿色和浅绿色”修订为：“浅绿色至墨绿色”。

原标准外观与性状中“不溶于水，溶于酸和氨水”的性状说明笼统，暂时无法使用合适试验方法对以上指标进行定性，在后续的鉴别试验和指标测定实验中都有侧面验证，因此在外观与性状中删除“不溶于水，溶于酸和氨水”的表述，具体说明如下：

通过增设水溶性氯化物（以Cl计）技术指标 $\leq 0.50\%$ ，试验方法是充分水提后测定提取液的游离氯含量，从侧面验证碱式氯化铜的不溶于水；碱式氯化铜含量的试验方法中使用盐酸完全溶解碱式氯化铜试样，从侧面验证碱式氯化铜的溶

于酸；铜离子的鉴别试验中使用过量氨水进行溶解碱式氯化铜试样形成溶液，从侧面验证碱式氯化铜的溶于氨水。

原标准外观与性状中“空气中稳定”，该表述无实质性意义，本次修订将“空气中稳定”删除。

因此本次标准修订对碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]$ 外观指标由“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”修改为“浅绿色至墨绿色粉末或颗粒”。

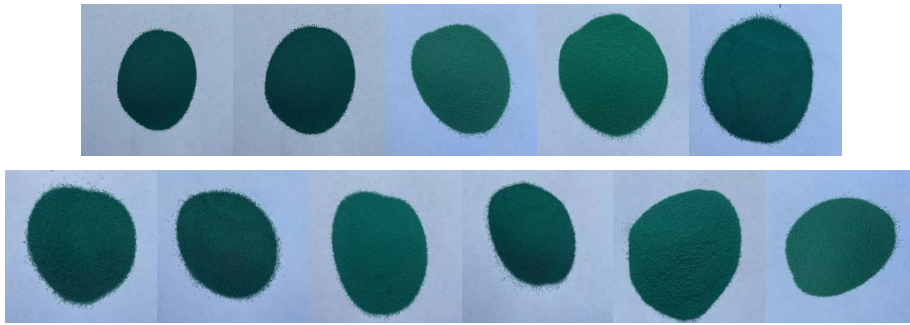


图1 各厂家的样品外观实测

## 5.2 鉴别试验

### 5.2.1 铜离子鉴别

原标准铜离子的鉴别“乙二胺四乙酸二钠法”方法错误，存在问题，部分生产和使用厂家反馈无法重现，修标过程中的预试验，同样出现无法重现的情况，且原方法试验步骤复杂，试验时间较长，不适用于鉴别实验的快速检测。

因此本次标准修订参考GB 29210《食品添加剂 硫酸铜》中检测步骤简洁、迅速的“铜氨络合法”。GB 29210方法为加入过量氨水，形成深蓝色溶液，未规定具体的氨水用量，相对不严谨。因此在与原标准相同的0.5g称样量的前提下，分别加入1、2、4、8、10、15、20、40、60、80、100、150、200、300 mL的10%氨水溶液观察试验结果。试验结果表明加入20 mL以上10%氨水溶液便可达到较好的鉴别试验判定要求。

因此将铜离子鉴别方法修订为：“称取试样约0.5 g，加入20 mL氨水溶液，形成深蓝色溶液”。对主要生产企业样品检测，13个样品试验结果都为阳性，见图2。本方法适用于碱式氯化铜中的铜离子的鉴别。

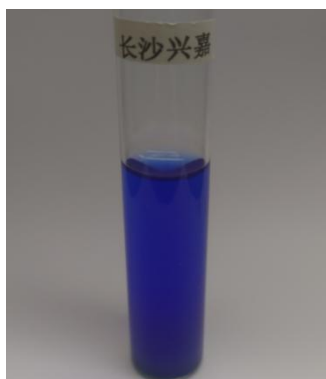


图2 铜离子鉴别实验

### 5.2.2 氯离子鉴别

原国标氯离子鉴别试验方法错误方法，使用盐酸对试样进行溶解，引入了氯离子，无法进行鉴别。因此对原标准中的盐酸溶解改为硝酸溶液溶解。

氯离子鉴别试验由：“称取0.5 g试样，加20 mL盐酸溶解，称取5 mL试验溶液，置于白色瓷板上，加硝酸银溶液，即有白色沉淀生成，在硝酸中不溶”修订为：“称取试样0.5 g，加入20 mL硝酸溶液（7.3.1.3）溶解，溶液应清亮、微带绿色，加入10 mL硝酸银溶液，即有白色沉淀生成，白色沉淀不溶解”。

对主要生产企业样品检测，13个样品试验结果都为阳性，见图3。本方法适用于碱式氯化铜中的氯离子的鉴别。



图3 氯离子鉴别实验

## 5.3 碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]$

### 5.3.1 指标值确认

根据主要生产厂家的样品实测数据，碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]$ 的范围在98.02%~99.65%，见附表3。主要生产厂家100%样品符合原标准指标参数：碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}] \geq 98.0\%$ ，且在2008版标准发布后生产和使用单位未

对碱式氯化铜含量产生较大分歧，且本次修标的意见收集未收到修改意见。

因此本次标准修订对碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]$ 指标未进行修改，与2008版原标准一致，为碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}] \geq 98.0\%$ 。

### 5.3.2 试验方法确定

沿用原国标，仅做编辑性调整：“平行做两份试验。准确称取试样0.2 g（精确至0.0001 g），置于250 mL碘量瓶中，加入5.0 mL盐酸溶解，加入4 mL冰乙酸，加2 g碘化钾，摇匀后，于暗处放置10 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，直至溶液呈现淡黄色，加入3 mL淀粉指示液后呈蓝色，继续滴定至蓝色消失，即为终点。”

（1）原标准碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]$ 试验方法的计算公式，未对式中“0.1068”进行说明所指含义；铜（Cu）试验方法的计算公式，未对式中“0.06355”进行说明所指含义，为编辑性错误，本次修订使用更为清晰的摩尔质量进行表述，如下：

$M_1$ ——碱式氯化铜 $\{1/2[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]\}$ 的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1=106.8$ ）；

$M_2$ ——铜的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2=63.55$ ）。

（2）关于原国标滴定法中，未规定需要同时做试剂空白试验，本次修订有收集到修改建议试验验证 $V_0$ 数值的大小，根据实验结果确认碱式氯化铜与铜的含量测定试验方法是否需要添加空白试验要求。本次修订分别在长沙兴嘉2个不同的CNAS实验室各4个平行试验，验证试剂空白 $V_0$ ，两个实验室 $V_0$ 平均值分别为0.02和0.035，见表6。相对于滴定时的平均20 mL的硫代硫酸钠标准滴定溶液耗用体积， $V_0$ 数值相对较小，因此不会对试验结果造成明显影响，因此本次标准修订维持原标准，不进行同时做试剂空白试验。

表6 碱式氯化铜 $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]$ 和铜（Cu）含量测定试验方法试剂空白值

硫代硫酸钠标准滴定溶液耗用体积/mL					
实验室	空白值 1	空白值 2	空白值 3	空白值 4	平均
A	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
B	0.03	0.03	0.04	0.04	0.035



### 5.3.3 试验验证数据

实验结果：由表7可知，同一样品碱式氯化铜[Cu<sub>2</sub>(OH)<sub>3</sub>Cl]和铜(Cu)含量，6次平行测定的RSD值为0.060%，精密度良好。在重复性条件下，铜含量两次独立测定结果的最大绝对差值为0.15%，小于0.20%，符合原标准精密度要求。

因此碱式氯化铜[Cu<sub>2</sub>(OH)<sub>3</sub>Cl]和铜(Cu)含量测定精密度维持原标准，仅做编辑性调整，为：“在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于0.20%”

表7 碱式氯化铜[Cu<sub>2</sub>(OH)<sub>3</sub>Cl]和铜(Cu)含量实验室内测定结果及RSD值

序号	称样量(g)	铜含量(%)	碱式氯化铜含量(%)
1	0.2059	59.05	99.57
2	0.2078	59.03	99.53
3	0.2047	58.99	99.47
4	0.2080	58.98	99.45
5	0.2049	58.96	99.42
6	0.2039	58.97	99.43
平均值	/	59.00	99.5
S(标准偏差)	/	0.036	0.059
RSD(%)	/	0.060	0.060

## 5.4 铜(Cu)

### 5.4.1 指标值确认

根据各厂家的样品实测数据，铜含量(Cu)的范围在58.33%~59.10%。所收集13个样品100%符合设定指标参数铜(以Cu计)≥58.12%，见附表3。且在2008版标准发布后生产和使用单位未对铜含量产生较大分歧。

因此本次标准修订对铜含量(以Cu计)指标未进行修改，与2008版原标准一致，为铜(以Cu计)≥58.12%。

### 5.4.2 试验方法确定及试验验证数据

同5.3 碱式氯化铜[Cu<sub>2</sub>(OH)<sub>3</sub>Cl]。

## 5.5 氯(Cl)

### 5.5.1 指标值确认

碱式氯化铜分子式为  $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ，按化学分子量换算，氯的理论含量为 16.27%~16.60%，氯为碱式氯化铜的重要组成部分，为保证产品质量，防止掺假的情况出现，因此增设氯（Cl）指标。

根据各厂家的样品实测数据，氯含量（Cl）的范围在 16.62%~17.00%，见附表 3。按照 98%~100%纯度的碱式氯化铜  $[\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}]$  化学分子量的换算，氯的理论含量为 16.27%~16.60%。考虑到最大 0.50%部分游离氯残留，设定氯（Cl）的技术指标为 16.0%~17.5%。

因此本次标准修订，增加氯（以 Cl 计）的指标，为“氯（Cl）/%：16.0~17.5”，所收集 13 个样品 100%符合设定指标。

### 5.3.2 试验方法确定

氯的测定试验方法行业内通常使用“硝酸银标准溶液滴定法”，根据含量的高低采用直接滴定或者返滴定的方法，碱式氯化铜产品中氯化铜的含量为：16.0%~17.5%，含量较高，因此采用直接滴定的方法。

饲料添加剂碱式氯化铜在属性上属于无机化工产品，因此样品经过硝酸完全溶解后，后参照 GB/T 3050《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法》中氯的测定方法进行检测。

（1）前处理方法确认：使用硝酸溶液完全溶解试样，实验室验证添加 4 mL 硝酸溶液可以快速完全溶解 0.1~1 g 范围的碱式氯化铜，且后续步骤用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调节溶液的颜色恰呈黄色，溶液耗用量适宜，便于快速调节。

（2）称样量确认：碱式氯化铜产品中氯化铜的含量为：16.0%~17.5%，含量较高，以浓度为 0.1mol/L 硝酸银标准滴定溶液进行滴定，在保证标准滴定溶液大于 1mL 的前提下，分别以 0.2 g、0.5 g、0.8 g 不同称样量分别进行 6 平行试验，试验结果见表 8。

表 8 氯（Cl）的测定试样方法称样量梯度实验

氯（Cl）含量/%								
测定次数	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD
0.2g称样量	16.69	16.80	16.71	16.67	16.82	16.86	16.76	0.467%
0.5g称样量	16.68	16.68	16.72	16.78	16.75	16.79	16.73	0.287%
0.8g称样量	16.72	16.78	16.72	16.70	16.77	16.78	16.75	0.213%

试验结果表明0.2 g、0.5 g、0.8 g不同称样量6平行测定平均值分别为16.76%、16.73%、16.75%，最大绝对差值0.03%，差异值较小，且RSD分别为：0.467%、0.287%、0.213%均符合精密度要求。三个称样量无明显差异，都能准确代表样本。因此从检测精密度和检测快速性及绿色节约等方面考虑，确认称样量为0.2 g。

方法为：“平行做两份试验。准确称取试样0.2 g（精确至0.0001 g），于烧杯中，加入4 mL硝酸溶液，加入40 mL水，使试样溶解。以下按GB/T 3050的规定执行”。同时根据各企业样品的实测数据，精密度符合要求，本方法适用于碱式氯化铜中的氯的测定。

### 5.3.3 试验验证数据

平行做两份试验。准确称取试样 0.2 g（精确至 0.0001 g），至于烧杯中，加入 4 mL 硝酸溶液，使试样溶解。以下按 GB/T 3050 的规定执行。

测定结果：由表9可知，同一样品6次平行测定的RSD值为0.216%，精密度良好。符合精密度要求。

表9 氯（Cl）实验室测定结果及 RSD 值

序号	称样量 (g)	氯 (Cl) 含量 (%)
1	0.2017	16.77
2	0.2002	16.76
3	0.2010	16.79
4	0.2013	16.75
5	0.2005	16.74
6	0.2017	16.84
平均值	/	16.8
S (标准偏差)	/	0.036
RSD (%)	/	0.216

## 5.6 水溶性氯化物（以 Cl 计）

### 5.6.1 指标值确认

在碱式氯化铜的实际生产，发现产品中由于生产工艺清洗的次数不足或清洗干净度较低，会导致的残留在碱式氯化铜产品中的水溶性氯化物偏高。在氯化铜产品的使用过程中，发现产品中水溶性氯化物偏高容易吸潮造成产品结块。产品结块会对饲料生产和使用造成质量问题。因此增设水溶性氯化物（以 Cl 计）的

指标,以确保碱式氯化铜合格产品中的水溶性氯化物残留不会对产品品质及饲料品质造成影响。

根据各厂家的样品实测数据,水溶性氯化物(以Cl计)的范围在0.05%~0.50%,见附表3。根据产品的水溶性氯化物残留理化实验结果,水溶性氯化物(以Cl计)在0.50%以下,不易出现结块现象或对产品品质及饲料品质造成影响。因此确认水溶性氯化物(以Cl计)指标为 $\leq 0.50\%$ ,所收集13个样品100%符合设定指标。

### 5.6.2 试验方法确定

氯的测定试验方法行业内通常使用“硝酸银标准溶液滴定法”,根据含量的高低、和样品干扰组分,采用直接滴定或者返滴定的方法。碱式氯化铜中的水溶性氯化物由于不同厂家工艺,存在较大差异,根据生产企业提供的数据,水溶性氯化物含量为0~1%,因此参考测定方法有:GB/T 6439:硝酸银标准溶液使氯化物生成氯化银沉淀,过量的硝酸银采用福尔哈德法用硫氰酸铵或硫氰酸钾标准溶液滴定;GB/T 3050:硝酸银标准滴定溶液直接滴定。

(1)前处理方法确认:参考GB/T 6439中充分水提的方法:“准确称取试样5g(精确至0.0001g),于250mL锥形瓶中,准确加入100mL水,混匀,200r/min振荡30min,用滤纸过滤,弃去最初滤液约10mL,准确移取50mL滤液待用”。

(2)GB/T 3050方法样品称样量确认:碱式氯化铜产品中水溶性氯化物(以Cl计):0.05%~1%,以浓度为0.02mol/L硝酸银标准滴定溶液进行滴定,在保证标准滴定溶液大于1mL的前提下,分别以2g、5g、8g不同称样量分别进行6平行试验,试验结果见表10。

表10 GB/T 3050水溶性氯化物(以Cl计)的测定试样方法称样量梯度实验

水溶性氯化物(以Cl计)含量/%								
测定次数	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD
2g称样量	0.12	0.13	0.12	0.12	0.14	0.12	0.13	6.69%
5g称样量	0.08	0.08	0.07	0.08	0.08	0.07	0.08	6.74%
8g称样量	0.06	0.07	0.07	0.07	0.08	0.07	0.07	9.03%

如表10所示,使用GB/T 3050方法进行水溶性氯化物检测时,2g称样量由于样品中水溶性氯化物中含量较低,样品滴定耗用标准溶液体积较低,且本方法试剂空白较大,造成2g称样量6平行测定检测结果的平均值相对5g、8g偏差较大,因此此称样量不能准确代表样本数据。

5 g、8 g不同称样量6平行测定平均值分别为0.08%、0.07%，最大绝对差值0.01%，差异值较小，且RSD分别为：6.74%、9.03%均符合精密度要求，5g称样量精密度较优，能准确代表样本。因此从检测精密度和检测快速性等方面考虑，确认称样量为5 g。

(2) GB/T 3050与GB/T 6439方法对比：分别采用GB/T 3050与GB/T 6439方法对13个样品进行检测，方法对比测定数据列于表11，GB/T 3050与GB/T 6439方法精密度对比试验见表12。

表 11 GB/T 3050 与 GB/T 6439 方法对比试验

水溶性氯化物（以Cl计）含量/%							
样品编号	1	2	3	4	5	6	7
GB/T 3050	0.20	0.30	0.07	0.07	0.50	0.13	0.17
GB/T 6439	0.18	0.26	0.07	0.05	0.45	0.12	0.18
差值	0.02	0.04	0	0.02	0.05	0.01	-0.01
样品编号	8	9	10	11	12	13	
GB/T 3050	0.09	0.06	0.10	0.08	0.11	0.05	
GB/T 6439	0.08	0.06	0.09	0.06	0.09	0.06	
差值	0.01	0	0.01	0.02	0.02	-0.01	

表 12 GB/T 3050 与 GB/T 6439 方法精密度对比试验

水溶性氯化物（以Cl计）含量/%								
测定次数	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD
GB/T 3050	0.08	0.08	0.07	0.08	0.08	0.07	0.08	6.74%
GB/T 6439	0.07	0.07	0.07	0.06	0.06	0.07	0.07	7.75%

如表11、表12所示，两种方法最大差值为0.05%，测定结果之间差异差异较小。且RSD分别为：6.74%、7.75%均符合精密度要求，GB/T 3050相对较优。

其中，碱式氯化铜样品的水溶性氯化物(以Cl计)含量波动范围较大(0~1%)，由于GB/T 6439方法定量限为 $\geq 0.03\%$ ，可能存在部分碱式氯化铜样品水溶性氯化物(以Cl计)含量小于定量限，在低浓度时，检测精密度较差，不适用此方法进行检测。GB/T 3050检测范围较大，可根据样品不同的水溶性氯化物(以Cl计)含量改变硝酸银标准滴定溶液的浓度，达到较为准确的检测结果。此外，GB/T 6439多用于配合饲料、预混料、饲料添加剂预混合饲料检测，采用返滴定进行测定，方法流程前处理、滴定方法流程较长，溶液配置复杂，方法较为复杂。因此从检测精密度和检测快速性等方面考虑，参考GB/T 3050方法执行。

方法为：“平行做两份试验。准确称取试样5 g（精确至0.0001 g），于250 mL锥形瓶中，准确加入100 mL水，混匀，200 r/min振荡30 min，用滤纸过滤，弃去最初滤液约10 mL，准确移取50 mL滤液待用。以下按GB/T 3050的规定执行”。

## 5.7 干燥失重

### 5.7.1 指标值确认

水分是影响饲料添加剂碱式氯化铜品质的重要因素。水分的过高易导致产品的结块、变质。因此增设干燥失重的指标，以确保碱式氯化铜合格产品中的水分不会对产品品质及饲料品质造成影响。

根据各厂家的样品实测数据，干燥失重的范围在0.04%~0.14%，见附表3。根据产品的干燥失重理化实验结果，干燥失重 $\leq 0.50\%$ ，不会出现结块现象或对产品品质及饲料品质造成影响。因此确认干燥失重指标为 $\leq 0.50\%$ ，所收集13个样品100%符合设定指标。

### 5.7.2 试验方法确定

干燥失重的测定，采用为行业内常用的干燥减量法，引用GB/T 6435-2014《饲料中水分的测定》。同时根据各企业样品的实测数据，本方法适用于碱式氯化铜干燥失重的测定。

方法为：“按GB/T 6435-2014中8.1的规定测定和计算，结果以干燥失重表示”。

### 5.7.3 试验验证数据

按GB/T 6435-2014中8.1测定和计算，结果以干燥失重表示。

测定结果：由表13可知，同一样品6次平行测定的RSD值为8.523%，精密度良好。符合精密度要求。

表 13 干燥失重实验室测定结果及 RSD 值

序号	称样量 (g)	干燥失重 (%)
1	5.0321	0.083
2	5.0071	0.094
3	5.0102	0.100
4	5.0134	0.105
5	5.0223	0.090
6	5.0011	0.089
平均值	/	0.09
S (标准偏差)	/	0.0080
RSD (%)	/	8.523

## 5.8 粒度

### 5.8.1 指标值确认

本标准对细度指标更新为粒度指标，指标值未做更改。根据各厂家的样品实测数据，粒度都符合 95%通过 0.25 mm 试验筛，见附表 3。且在 2008 版标准发布后生产和使用单位未对粒度指标产生较大分歧，且本次修标的意见收集中收到多个单位将细度改为粒度的修改意见。

因此本次标准对粒度指标修订为“粒度（0.25 mm 试验筛通过率） $\geq 95.0\%$ ”。

### 5.8.2 试验方法确定

原国标为细度的测定方法，使用试验筛进行筛分，称重筛下物的质量占比计算细度。本次修订标准细度指标为粒度指标，同时更新方法为 GB/T 5917.1《饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法》，该方法与原方法，原理基本一致，计算方法一致。同时根据各企业样品的实测数据，本方法适用于碱式氯化铜粒度的测定。

方法为：“按 GB/T 5917.1 的规定执行”。

### 5.8.3 试验验证数据

按 GB/T 5917.1 的规定执行。测定结果：由表 14 样品粒度检测结果可知，符合设定指标。

表 14 样品粒度测定结果

序号	称样量 (g)	0.25 mm试验筛通过率 (%)
1	50.0	100
2	50.0	100
3	50.0	100
4	50.0	100
5	50.0	100
6	50.0	100

## 5.9 总砷

### 5.9.1 指标值确认

根据碱式氯化铜产品主要生产厂家13个样品实测数据，总砷的范围在0.99~4.28 mg/kg，见附表3。同时根据生产使用厂家提供的近一年样品实测数据，总砷

的范围在0~3.77 mg/kg，见表15。实际总砷含量相对于原指标值较低，考虑标准修订的利于促进技术进步，提高产品质量的原则，同时参考欧盟标准、美国标准。因此本标准修订将碱式氯化铜的总砷由“ $\leq 20$  mg/kg”缩窄为“ $\leq 15$  mg/kg”。

表 15 国外总砷先进指标及产品实测数据

总砷	欧盟标准	美国标准	原标准	本次修订后标准	近一年生产使用厂家样品数据
mg/kg	30	50	20	15	0~3.77

### 5.9.2 试验方法确定

原国标对砷测定的前处理方法及测定步骤基本与GB/T 13079《饲料中总砷的测定》一致，同时GB/T 13079中对于仪器设备的要求，溶液配置要求更为详细准确，GB/T 13079为通用方法标准适用饲料添加剂产品，本标准直接引用通用方法因此，对方法进行修订为：“按GB/T 13079的规定执行”。同时根据各企业样品的实测数据，本方法适用于碱式氯化铜总砷测定。

方法为：“按GB/T 13079的规定执行”。

## 5.10 铅

### 5.10.1 指标值确认

根据碱式氯化铜产品主要生产厂家13个样品实测数据，铅的范围在0.32~3.42 mg/kg，见附表3。同时根据生产使用厂家提供的近一年样品实测数据，见表16，铅的范围在0~10.0 mg/kg，同时参考欧盟标准、美国标准。因此，本标准修订饲料添加剂碱式氯化铜的保持铅为 $\leq 10$  mg/kg，不做修订。

表 16 国外铅先进指标及产品实测数据

铅	欧盟标准	美国标准	原标准	本次修订后标准	近一年生产使用厂家样品数据
mg/kg	100	50	10	10	0~10.0

### 5.10.2 试验方法确定

沿用原国标，仅做编辑性调整：“准确称取试样 10 g(精确至 0.01 g)，加 10 mL 水和 25 mL 硝酸溶液，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 的规定执行”。



## 5.11 镉

### 5.11.1 指标值确认

根据碱式氯化铜产品主要生产厂家13个样品实测数据，镉的范围为未检出，见附表3。同时根据生产使用厂家提供的近一年样品实测数据，见表17，镉的范围在0~4.00（中位值0.45）mg/kg。因此，本标准保持饲料添加剂碱式氯化铜的镉为 $\leq 3$  mg/kg，不做修订。

表 17 国外镉先进指标及产品实测数据

镉	欧盟标准	美国标准	原标准	本次修订后标准	近一年生产使用厂家样品数据
mg/kg	10	10	3	3	0~4.00（中位值0.45）

### 5.11.2 试验方法确定

原国标规定了处理步骤，测定按照GB/T 13082的规定执行，GB/T 13082为通用方法标准适用饲料添加剂产品，GB/T 13082已有规定前处理步骤，避免重复引发误解，本标准直接引用通用方法。

方法为：“按GB/T 13082的规定执行”。

## 5.12 汞

### 5.12.1 指标值确认

现较多碱式氯化铜生产厂家都有产品出口国外，出口产品需符合欧盟标准、美国标准，相关标准都有设立汞的卫生指标，见表18。因此本次标准修订新增汞卫生指标，以加强产品质量要求，便于接轨国际，利于产品出口。

根据产品的各厂家的样品实测数据，汞的范围在0.008~0.030 mg/kg，见附表3。参考GB 13078《饲料卫生标准》中对石粉、矿物质饲料原料、其他矿物质饲料原料的饲料添加剂国家汞的标准为 $\leq 2$  mg/kg。

因此，本标准修订饲料添加剂碱式氯化铜的汞为 $\leq 0.2$  mg/kg。

表 18 国外汞先进指标及产品实测数据

汞	欧盟标准	美国标准	原标准	本次修订后标准	生产使用厂家样品数据
mg/kg	0.1	0.2	无	0.2	0.008~0.03 mg/kg

### 5.12.2 试验方法确定

汞的测定方法参照GB/T 13081《饲料中汞的测定》执行。通用方法标准适用饲料添加剂产品，本标准直接引用通用方法标准。

方法为：“按GB/T 13081的规定执行”。

### 5.13 酸不溶物

因为符合产品质量指标的碱式氯化铜产品的纯度已经很高，达 $\geq 98.0\%$ ，在此纯度下产品仅存极少量的酸不溶物，在近10年的实际饲料的生产和使用过程中少量的酸不溶物对产品质量及动物饲喂无影响。且现市场产品，会加少量合规的流散剂，改善产品的流动性，便于饲料加工，因此存在一定的酸不溶物，且不会影响产品质量。

同时查阅57家主要生产企业标准中关于酸不溶物的设立情况，其中33家，占比58%企业标准未设立酸不溶物指标，同时参考美国、欧盟等相关国家国际标准也未设立酸不溶物指标。因此为减少无用检测，同时符合产品的更新换代的具体情况，因此考虑删除酸不溶物指标。

## 6 主要试验及验证情况分析

碱式氯化铜国内外标准指标对比表（见附表1）。

碱式氯化铜国内外标准方法对比表（见附表2）。

碱式氯化铜各生产企业检测数据（见附表3）。

碱式氯化铜生产企业A、B连续3个月质量报表（见附表4、见附表5）。

碱式氯化铜反馈意见汇总（见附表6）。

本次标准修订按照拟定的方法，主要针对碱式氯化铜（ $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ）、铜（Cu）、氯（Cl）、水溶性氯化物（以Cl计）、干燥失重、粒度、总砷、铅、镉、汞的分析方法及指标进行了相关实验，实验结果表明测定方法可行。

三、与有关法律、行政法规和其他强制性标准的关系，配套推荐性标准的制定情况

本标准所涉及的引用标准均为本行业现行有效的饲料添加剂国家标准及行业标准，强制性标准有GB 10648《饲料标签》，其余均为推荐性标准。本标准与其它现行法律、法规、规章保持一致。

#### 四、与国际标准化组织、其他国家或者地区有关法律法规和标准的比对分析

本标准技术水平达到国际同类产品先进水平，见表 19、附表 1、附表 2。

本标准测定方法中涉及有国标通则的，都采用通则测定。

表 19 与国际标准化组织、其他国家或者地区有关法律法规和标准的比对分析

项目	修订后标准	欧盟标准	美国标准
外观与性状	浅绿色至墨绿色粉末或颗粒，不溶于水，溶于酸和氨水，空气中稳定。	--	绿色、无味
碱式氯化铜 (Cu <sub>2</sub> (OH) <sub>3</sub> Cl) / (%)	≥98.0	≥90.0	--
铜 (Cu) / (%)	≥58.12	≥53	≥58
氯 (Cl) / (%)	16.0~17.5	--	17~19
水溶性氯化物 (以 Cl 计) / (%)	≤0.50	--	--
干燥失重 / (%)	≤0.50	--	≤2.0
粒度(0.25 mm 试验筛通过率)/%	≥95.0	50μm 以下颗粒物小于 1%	--
酸不溶物 (质量分数) / %	--	--	--
总砷 (以As计) / (mg/kg)	≤15.0	≤30.0	≤50
铅 (以Pb计) / (mg/kg)	≤10.0	≤100	≤50
镉 (以Cd计) / (mg/kg)	≤3.0	≤10.0	≤10
汞 (以Hg计) / (mg/kg)	≤0.2	≤0.1	≤0.2
二噁英 / (mg/kg)	--	≤0.5ng/kg	--
二噁英+多氯联苯 / (mg/kg)	--	≤1.5ng/kg	--

#### 五、重大分歧意见的处理经过和依据

在标准的修订中没有产生重大分歧意见。

## 六、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织实施、技术措施、过渡办法、实施日期等）

建议按照强制性国家标准管理办法设置自发布日期至实施日期的过渡期，并在过渡期期间，对已生产产品库存销售和已经印刷的包装材料消耗；产品标签重新根据标准进行修改设计印刷，并与供应商沟通确认；与下游客户沟通修改质量规格协议，修订相关的合同内容；根据企业情况评估是否需要购进或改进技术装备、检测手段等，以配合产品的质量达标或相关检测。整个改造过程完成，需要6个月左右时间。

## 七、与实施强制性国家标准有关的政策措施

根据《强制性国家标准管理办法》第九条，县级以上人民政府标准化行政主管部门和有关行政主管部门依据法定职责，对强制性国家标准的实施进行监督检查。根据《饲料和饲料添加剂管理条例》第三条规定，国务院农业行政主管部门负责全国饲料、饲料添加剂的监督管理工作。县级以上地方人民政府负责饲料、饲料添加剂管理的部门（以下简称饲料管理部门），负责本行政区域饲料、饲料添加剂的监督管理工作。第四条，县级以上地方人民政府统一领导本行政区域饲料、饲料添加剂的监督管理工作，建立健全监督管理机制，保障监督管理工作的开展。

违反该强制性国家标准的行为，依据第609号国务院令《饲料和饲料添加剂管理条例》、农业农村部公告第2625号《饲料添加剂安全使用规范》、主席令2000年第33号《中华人民共和国产品质量法》和主席令第11号《中华人民共和国标准化法》等相关法律法规相关条款进行处理。

## 八、是否需要对外通报的建议及理由

国外市场流通的饲料添加剂碱式氯化铜产品，有来自国内企业生产的产品，按照世界贸易组织（WTO）的TBT规则，为保证产品公正、公平进行贸易，同时依据《强制性国家标准管理办法》要求，建议对外通报。

## 九、废止现行有关标准的建议

建议自本标准实施起废止国家标准 GB/T 21696-2008《饲料添加剂 碱式氯

化铜》。

## 十、涉及专利的有关说明专利说明

经检索，本标准不涉及专利。

## 十一、强制性国家标准所涉及的产品、过程或者服务目录

本文件给出了碱式氯化铜的化学名称、分子式和相对分子质量，规定了饲料添加剂碱式氯化铜的技术要求、采样、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了试验方法。

本文件适用于由含铜原料，经化学合成而成的饲料添加剂碱式氯化铜。

## 十二、其它应予说明的事项

为控制饲料添加剂强制性国家标准数量，规范标准名称，2019年，全国饲料工业标准化技术委员会以《关于报送饲料添加剂产品强制性标准分类原则和编号方法建议的函》（全饲标【2019】16号）文件的形式向市场监管总局标准技术管理司建议饲料添加剂强制性标准按GB 7300饲料添加剂产品系列标准进行编号。截止2023年年底，我国已经发布GB 7300系列强制性国家标准24项，本标准名称是参照此文件对标准名称进行了编辑性修改，确定标准名称为：“饲料添加剂 第3部分：矿物元素及其络（螯）合物 碱式氯化铜”。

附表 1：碱式氯化铜国内外标准指标对比表

项目	原 GB/T 21696-2008	修订后标准	欧盟标准	美国标准
外观与性状	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。	浅绿色至墨绿色粉末或颗粒，不溶于水，溶于酸和氨水，空气中稳定。	--	绿色、无味
碱式氯化铜 (Cu <sub>2</sub> (OH) <sub>3</sub> Cl) / (%)	≥98.0	≥98.0	≥90.0	--
铜 (Cu) / (%)	≥58.12	≥58.12	≥53	≥58
氯 (Cl) / (%)	--	16.0~17.5	--	17~19
水溶性氯化物 (以 Cl 计) / (%)	--	≤0.50	--	--
干燥失重 / (%)	--	≤0.50	--	≤2.0
粒度(0.25 mm 试验筛通过率)/%	≥95.0	≥95.0	50μm 以下颗粒物小于 1%	--
酸不溶物 (质量分数) /%	≤0.2	--	--	--
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤20.0	≤15.0	≤30.0	≤50
铅 (以 Pb 计) / (mg/kg)	≤10.0	≤10.0	≤100	≤50
镉 (以 Cd 计) / (mg/kg)	≤3.0	≤3.0	≤10.0	≤10
汞 (以 Hg 计) / (mg/kg)	--	≤0.2	≤0.1	≤0.2
二噁英 / (mg/kg)	--	--	≤0.5 ng/kg	--
二噁英+多氯联苯 / (mg/kg)	--	--	≤1.5 ng/kg	--

附表 2：碱式氯化铜国内外标准试验方法对比表

项目	原 GB/T 21696-2008	修订后标准	欧盟标准	美国标准
外观与性状	目测	目测	目测	目测
铜离子的鉴别	--	准确称取 0.5 g 碱式氯化铜样品，加入过量的 10%氨水溶液，形成深蓝色的铜氨络合离子。	碱式氯化铜的鉴别：XRD	--
氯离子的鉴别	--	准确称取 0.5 g 碱式氯化铜样品，加入 20 mL 硝酸溶液溶解，溶液应清亮、微带绿色，加入 10 mL 硝酸银溶液，即有白色氯化银沉淀生成，在硝酸中不溶。		--
碱式氯化铜 (Cu <sub>2</sub> (OH) <sub>3</sub> Cl)、铜 (Cu)	碘量法	碘量法	电感耦合等离子体原子发射光谱分析 (ICP-AES)	--
氯 (Cl)	--	硝酸银滴定法	--	--
水溶性氯化物 (以 Cl 计)	--	硝酸银滴定法	--	--
干燥失重	--	按照 GB/T 6435 的规定执行。	--	--
粒度 (0.25mm 试验筛通过率)	按照 GB/T 5917.1 的规定执行。	按照 GB/T 5917.1 的规定执行。	--	--

附表 2（续）：碱式氯化铜国内外标准试验方法对比表

项目	原 GB/T 21696-2008	修订后标准	欧盟标准	美国标准
酸不溶物	酸溶解后，用热水洗涤滤渣至洗液无色，并以氨水检查无铜离子反应时为止。烘干至质量恒定，冷却后称量。	--	--	--
总砷（以As计）	比色法	按照 GB/T 13079 的规定执行。	比色法	比色法
铅（以Pb计）	称取约10 g试样(准确至0.01 g)，加10 mL水和5 mL酸溶液使试样溶解。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。	平行做两份试验。称取约10 g试样(精确至0.01 g)，加10 mL水和25 mL硝酸溶液，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规定执行。	比色法	比色法
镉（以Cd计）	称取约10 g试样(准确至0.01 g)，加10 mL水和5 mL酸溶液使试样溶解。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。	按照 GB/T 13082 的规定执行。	比色法	比色法
汞（以Hg计）	--	按照 GB/T 13081 的规定执行。	原子荧光光谱法（AFS）	原子荧光光谱法（AFS）



附表 3：各生产企业碱式氯化铜检测数据

项目	成都蜀星饲料有限公司	深圳市宝安东江环保技术有限公司	四川吉隆达生物科技集团有限公司	广州科城环保科技有限公司	湖南德邦生物科技股份有限公司	深圳市深投环保科技有限公司	清远市中宇环保实业有限公司	广东省润泰环境科技有限公司	长沙兴嘉生物工程股份有限公司			珠海汇华环保技术有限公司	昕嘉生物技术（长沙）有限公司
	YF2023052002	YF2023052201	YF2023052302	YF2023052401	YF2023060101	YF2023060502	YF2023060503	YF2023060504	YF202306050501	YF202306050502	YF202306050503	YF2023060160	YF2023060601
铜离子鉴别	蓝色	蓝色	蓝色	蓝色	蓝色	蓝色	蓝色	蓝色	蓝色	蓝色	蓝色	蓝色	蓝色
铜离子鉴别	绿色	绿色	绿色	绿色	绿色	绿色	绿色	绿色	绿色	绿色	绿色	绿色	绿色
碱式氯化铜（%）	99.1	99.0	99.0	98.9	99.0	99.3	98.0	98.9	98.6	98.1	99.7	98.4	98.4
铜（%）	58.99	58.88	58.88	58.87	58.93	59.10	58.33	58.86	58.69	58.46	59.39	58.54	58.63
氯（%）	16.84	16.78	16.76	16.81	16.62	16.67	17.00	16.71	16.88	16.83	17.10	16.97	16.76
水溶性氯化物氯（%）	0.20	0.30	0.07	0.07	0.50	0.13	0.17	0.09	0.06	0.10	0.08	0.11	0.05
干燥失重（%）	0.07	0.06	0.13	0.14	0.04	0.07	0.17	0.06	0.06	0.05	0.07	0.08	0.14
粒度（通过率）	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%	100%

附表 3（续）：各生产企业碱式氯化铜检测数据

项目	成都蜀星 饲料有限公司	深圳市宝 安东江环 保技术有 限公司	四川吉隆 达生物科 技集团有 限公司	广州科 城环保 科技有 限公司	湖南德邦 生物科技 股份有 限公司	深圳市深 投环保科 技有限公 司	清远市中 宇环保实 业有限公 司	广东省润 泰环境科 技有限公 司	长沙兴嘉生物工程股份有限公司			珠海汇华 环保技术 有限公司	昕嘉生物 技术（长 沙）有限 公司
	YF20230 52002	YF202305 2201	YF202305 2302	YF20230 52401	YF202306 0101	YF2023060 502	YF2023060 503	YF20230 60504	YF202306 050501	YF20230 6050502	YF20230 6050503	YF20230 60160	YF20230 60601
铅 (mg/kg)	0.32	1.87	1.87	2.64	3.42	3.42	2.64	2.64	2.64	2.64	2.68	2.64	2.63
砷 (mg/kg)	1.22	0.99	1.21	3.99	3.02	1.77	2.08	1.24	2.08	2.08	2.12	4.28	3.99
镉 (mg/kg)	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出
汞 (mg/kg)	0.008	0.02	0.019	0.022	0.021	0.026	0.022	0.016	0.019	0.019	0.02	0.030	0.02

附表 4：生产企业 A 连续 3 个月质量报表

编号	碱式氯化铜 (%)	铜 (%)	氯 (%)	水溶性氯化物 氯 (Cl) (%)	干燥失重 (%)	粒度 (0.25 mm 试验筛通过率)	总砷 (mg/kg)	铅 (mg/kg)	镉 (mg/kg)	汞 (mg/kg)
20230601	99.22	59.04	16.90	0.10	0.03	100	未检出	未检出	未检出	0.013
20230602	98.92	58.86	16.86	0.08	0.09	100	未检出	未检出	未检出	0.013
20230603	99.12	58.98	16.86	0.08	0.04	100	未检出	未检出	未检出	0.018
20230604	99.15	59.00	16.79	0.09	0.10	100	未检出	未检出	未检出	0.013
20230605	99.05	58.94	16.94	0.10	0.08	100	未检出	未检出	未检出	0.019
20230606	99.19	59.02	16.83	0.07	0.06	100	未检出	未检出	未检出	0.014
20230607	99.22	59.04	16.96	0.06	0.05	100	1.84	1.84	未检出	0.015
20230608	99.25	59.06	16.90	0.07	0.04	100	2.36	2.36	未检出	0.014
20230609	99.20	59.03	16.98	0.08	0.08	100	未检出	未检出	未检出	0.007
20230610	99.14	58.99	16.91	0.06	0.07	100	未检出	未检出	未检出	0.013
20230701	99.29	59.08	16.84	0.07	0.07	100	未检出	未检出	未检出	0.018
20230702	99.02	58.92	16.90	0.06	0.08	100	未检出	未检出	未检出	0.014
20230703	99.07	58.95	16.93	0.06	0.08	100	未检出	未检出	未检出	0.017
20230704	99.20	59.03	16.76	0.09	0.02	100	未检出	未检出	未检出	0.009
20230705	99.24	59.05	16.94	0.09	0.06	100	未检出	未检出	未检出	0.008
20230706	99.20	59.03	16.73	0.08	0.08	100	未检出	未检出	未检出	0.009
20230707	99.75	59.36	16.75	0.07	0.05	100	未检出	未检出	未检出	0.007
20230708	99.00	58.91	16.99	0.05	0.09	100	2.28	2.28	未检出	0.007
20230709	99.20	59.03	17.00	0.07	0.07	100	3.77	3.77	未检出	0.015
20230710	99.32	59.10	16.87	0.08	0.02	100	3.68	3.68	未检出	0.005
20230801	99.11	58.98	16.88	0.06	0.09	100	2.51	2.51	未检出	0.008

附表 4（续）：生产企业 A 连续 3 个月质量报表

编号	碱式氯化铜 (%)	铜 (%)	氯 (%)	水溶性氯化物 氯 (Cl) (%)	干燥失重 (%)	粒度 (0.25 mm 试验筛通过率)	总砷 (mg/kg)	铅 (mg/kg)	镉 (mg/kg)	汞 (mg/kg)
20230802	98.57	58.65	16.81	0.08	0.08	100	3.05	3.05	未检出	0.010
20230803	99.15	59.00	16.89	0.09	0.03	100	未检出	未检出	未检出	0.012
20230804	98.58	58.66	16.87	0.08	0.04	100	2.3	2.3	未检出	0.009
20230805	98.92	58.86	16.84	0.08	0.05	100	2.02	2.02	未检出	0.019
20230806	98.78	58.78	16.92	0.08	0.05	100	2.05	2.05	未检出	0.017
20230807	99.07	58.95	16.81	0.09	0.08	100	2.11	2.11	未检出	0.013
20230808	98.95	58.88	16.73	0.08	0.01	100	1.88	1.88	未检出	0.005
20230809	99.02	58.92	16.98	0.09	0.07	100	3.31	3.31	未检出	0.009
20230810	98.57	58.65	16.85	0.06	0.05	100	未检出	未检出	未检出	0.020

附表 5：生产企业 B 连续 3 个月质量报表

编号	碱式氯化铜 (%)	铜 (%)	氯 (%)	水溶性氯化物氯 (Cl) (%)	干燥失重 (%)	粒度 (0.25mm 试验筛通过率)	总砷 (mg/kg)	铅 (mg/kg)	镉 (mg/kg)	汞 (mg/kg)
20230601	99.22	59.04	16.89	0.09	0.08	100.00	未检出	未检出	未检出	0.019
20230602	99.02	58.92	16.73	0.04	0.06	100.00	2.01	1.55	未检出	0.011
20230603	98.99	58.90	16.97	0.04	0.09	100.00	未检出	未检出	未检出	0.024
20230604	99.09	58.96	16.88	0.09	0.13	100.00	未检出	未检出	未检出	0.024
20230605	98.97	58.89	16.81	0.07	0.14	100.00	未检出	1.42	未检出	0.025
20230606	99.15	59.00	16.82	0.03	0.12	100.00	未检出	未检出	未检出	0.010
20230607	98.73	58.75	16.81	0.06	0.10	100.00	未检出	未检出	未检出	0.021
20230608	98.48	58.60	16.98	0.03	0.13	100.00	未检出	未检出	未检出	0.013
20230609	99.05	58.94	16.81	0.06	0.13	100.00	未检出	0.95	未检出	0.021
20230610	99.12	58.98	16.80	0.03	0.14	100.00	未检出	0.92	未检出	0.015
20230701	98.78	58.78	16.80	0.08	0.14	100.00	0.47	1.32	未检出	0.021
20230702	99.07	58.95	16.72	0.06	0.05	100.00	未检出	1.00	未检出	0.025
20230703	99.09	58.96	16.81	0.06	0.11	100.00	0.46	2.10	未检出	0.012
20230704	98.15	58.40	16.92	0.03	0.13	100.00	未检出	未检出	未检出	0.023
20230705	99.15	59.00	16.87	0.08	0.10	100.00	未检出	未检出	未检出	0.016
20230706	99.15	59.00	16.95	0.03	0.09	100.00	未检出	未检出	未检出	0.020
20230707	99.19	59.02	16.77	0.04	0.08	100.00	1.03	未检出	未检出	0.025
20230708	98.58	58.66	16.90	0.08	0.09	100.00	2.30	1.02	未检出	0.017
20230709	98.78	58.78	16.89	0.02	0.11	100.00	2.03	1.16	未检出	0.012
20230710	98.70	58.73	16.90	0.06	0.13	100.00	未检出	未检出	未检出	0.024
20230801	98.99	58.90	16.93	0.02	0.12	100.00	2.57	2.72	未检出	0.017

附表 5（续）：生产企业 B 连续 3 个月质量报表

编号	碱式氯化铜 (%)	铜 (%)	氯 (%)	水溶性氯化物氯 (Cl) (%)	干燥失重 (%)	粒度 (0.25 mm 试验筛通过率)	总砷 (mg/kg)	铅 (mg/kg)	镉 (mg/kg)	汞 (mg/kg)
20230802	99.10	58.97	16.75	0.02	0.09	100.00	1.82	1.33	未检出	0.014
20230803	99.05	58.94	16.83	0.06	0.14	100.00	1.31	未检出	1.33	0.022
20230804	98.35	58.52	16.72	0.05	0.09	100.00	未检出	1.52	未检出	0.020
20230805	99.10	58.97	16.87	0.04	0.06	100.00	1.47	未检出	未检出	0.020
20230806	99.25	59.06	16.94	0.03	0.14	100.00	未检出	未检出	未检出	0.011
20230807	99.15	59.00	16.81	0.07	0.06	100.00	1.29	0.54	0.12	0.022
20230601	99.22	59.04	16.89	0.09	0.08	100.00	未检出	未检出	未检出	0.019
20230602	99.02	58.92	16.73	0.04	0.06	100.00	2.01	1.55	未检出	0.011
20230603	98.99	58.90	16.97	0.04	0.09	100.00	未检出	未检出	未检出	0.024

附表 6: 碱式氯化铜主要生产使用企业反馈意见汇总表

企业名称	修订意见	采纳情况
长沙兴嘉生物工程股份有限公司	<p>1、“规范性引用文件”增加：“《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 6435 饲料中水分的测定》、《GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定》、《GB/T 13079 饲料中总砷的测定》；</p> <p>2、修订相对分子质量：213.56(按 2022 年国际相对原子质量计)；</p> <p>3、外观与性状：“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。”修订为“浅绿色至色墨绿粉末或颗粒，难于水，溶于酸和氨水，空气中稳定。”；</p> <p>增加干燥失重指标；根据碱式氯化铜产品质量要求及实际控制水平，确定含量指标≤1.0%，同步增加干燥失重含量的测定方法；</p> <p>4、增加汞指标；参照碱式氯化铜产品欧盟及北美质量要求及实际控制水平，确定指标≤0.2mg/kg，同步增加汞含量的测定方法；</p> <p>5、修订砷指标；根据产品控制实际情况，确定砷指标由≤20mg/kg 修订为：≤15mg/kg；</p> <p>6、“细度”修订为“粒度”，修订了粒度的检测方法；</p> <p>7、修订铜离子的鉴别实验；使铜离子鉴别试验更简单、有效；</p> <p>8、修订了“出厂检验项目为外观与性状、铜含量、干燥失重、粒度四个项目”。</p>	<p>采纳。</p> <p>1、“规范性引用文件”增加相应引用文件；</p> <p>2、修订相对分子质量：213.56(按 2022 年国际相对原子质量计)；</p> <p>3、外观与性状修订为“浅绿色至色墨绿粉末或颗粒”；</p> <p>4、增加干燥失重指标；含量指标≤0.50%，同步增加干燥失重含量的测定方法；</p> <p>6、增加汞指标；确定含量指标≤0.2mg/kg，同步增加汞含量的测定方法；</p> <p>7、修订砷指标；根据产品控制实际情况，确定砷指标由≤20mg/kg 修订为：≤15mg/kg；</p> <p>8、“细度”修订为“粒度”，修订了粒度的检测方法；</p> <p>9、修订铜离子的鉴别实验；使铜离子鉴别试验更简单、有效；</p> <p>10、修订了“出厂检验项目为外观与性状、铜（Cu）、粒度三个项目”。</p>

附表 6（续）：碱式氯化铜主要生产使用企业反馈意见汇总表

企业名称	修订意见	采纳情况
江苏蜀星饲料科技有限公司	<p>试验方法：                      1、建议增加游离氯离子，游离铜离子指标；                      2、检测原理“在微酸酸性条件下”，这个表述不准确，不清晰，建议改为酸性条件下；                      3、分析步骤中，加入盐酸溶液溶解后，应该增加一步“加入 50ml 水”，不加水导致空白和样品滴定偏差较大；                      4、砷的检测没必要在该标准重复表述，在 GB / T 13079 中已经表述清楚了。</p>	<p>部分采纳。                      采纳：                      1、增加游离氯离子指标；                      2、7.4.1 原理“在微酸酸性条件下”，修订为“酸性条件下”；                      3、7.9 总砷的测定按 GB/T 13079 规定执行。                      不采纳：                      1、按照碱式氯化铜的生产工艺，主要的游离铜存在形式为氯化铜，已有游离氯的指标规定，不需要重复设定游离铜；                      2、现有铜含量检测方法经过试验验证，符合精密度和适用性要求，不需修订。</p>
韶关鹏瑞环保科技有限公司	降低铅砷镉指标	<p>部分采纳。                      采纳：                      1、修订砷指标；根据产品控制实际情况，确定总砷指标由<math>\leq 20\text{mg/kg}</math>修订为：<math>\leq 15\text{mg/kg}</math>；                      不采纳：                      1、降低铅镉指标。不采纳原因：原标准铅镉指标标准值低于饲料卫生标准及国际指标，不需要再降低。</p>
广东省润泰环境科技有限公司	降低铅砷镉含量指标	<p>部分采纳。                      采纳：                      1、修订砷指标；根据产品控制实际情况，确定砷含量指标由<math>\leq 20\text{mg/kg}</math>修订为：<math>\leq 15\text{mg/kg}</math>；                      不采纳：                      1、降低铅镉指标。不采纳原因：原标准铅镉指标较饲料卫生标准与国际国内指标已相对较低，不需要再降低。</p>
清远市新绿环境技术有限公司	<p>1、试验方法：砷含量的检测方法：建议采用 GB/T 13079 里面的原子荧光光谱法；                      2、包装：建议增加包装方式和包装袋材质，如聚丙烯编织袋加聚乙烯内膜袋，聚丙烯外袋加聚乙烯内袋吨袋、单层聚乙烯袋等。</p>	<p>采纳。                      1、总砷的测定 GB/T13079 规定执行。                      2、包装材料应无毒、无害、防潮、避光、密封。</p>



附表 6（续）：碱式氯化铜主要生产使用企业反馈意见汇总表

企业名称	修订意见	采纳情况
<p>广州科城环保科技有限公司</p>	<p>一、技术指标：1、3.2 中表 1 铜（以 Cu 计）质量分数由“58.12%”修订为“58.32%”；                  2、砷(As)质量分数由“0.002%”修订为“0.0005%”；                  3、新增技术指标：                  (1)“汞（Hg）的质量分数<math>\leq</math>0.00001%”；                  (2)“铬（Cr）的质量分数<math>\leq</math>0.00001%”；                  (3)“挥发性氨基盐质量分数<math>\leq</math>0.01%”；                  (4)指示性多氯联苯（PCB，以 PCB28, PCB52, PCB101, PCB138, PCB153, PCB180 之和计）<math>\leq</math>10 ug/kg”；                  (5)“二噁英（7 种 PCDDs 和 10 种 PCDFs TEQ 之和）<math>\leq</math>1ng/kg”；                  (6)“二噁英（7 种 PCDDs 和 10 种 PCDFs TEQ）和类二噁英多氯联苯 PCBs(PCB77, PCB81, PCB105, PCB114, PCB118, PCB123, PCB126, PCB156, PCB157, PCB167, PCB169, PCB189) TEQ 之和<math>\leq</math>1 ng/kg”。                  二、试验方法：1、优化铜含量的分析方法：修订“加入 5.0mL 盐酸（4.1.9）溶解”为“加入 10mL 盐酸（4.1.9），使试样完全溶解（必要时可在 70℃水浴中加热溶解开）”                  2、优化砷的分析方法：修订“称取 0.500g（精确至 0.001g）”为“称取 2g 试样（精确 0.001g），置于 150mL 三角瓶中，缓慢加入盐酸（4.1.10），2mL 硝酸（4.1.20），以下按 GB/T1 3079 中 5.5.1.5 的碱式氯化铜方法执行”。                  3、新增汞的检测方法按 GB/T 13081 执行、铬的检测方法 GB/T 13088 执行、挥发性盐基氮含量的测定按 GB/T 32141 执行                  三、增加出厂检验项目：由“正常生产每半年或停产半年后恢复生产”修订为“感官性状、细度、铜含量砷含量、铅含量、镉含量、铬含量、汞含量、酸不溶物含量、挥发性盐基氮含量”                  四、增加型式检验频次：修订为“正常生产每季度”                  五、减少型式检验项目：修订为指示性多氯联苯，一噁英，二噁英和类二噁英多氯联苯</p>	<p>部分采纳。                  采纳：                  1、增加汞含量指标；确定含量指标<math>\leq</math>0.2mg/kg，同步增加汞含量的测定方法为按GB/T 13081的规定执行；                  2、修订砷含量指标；根据产品控制实际情况，确定砷含量指标由<math>\leq</math>20mg/kg 修订为：<math>\leq</math>15mg/kg；修订砷的测定方法为：按 GB/T 13079 的规定执行。                  3、“挥发性氨基盐”技术指标由反应同一情况“游离氯”进行替代。                  不采纳：                  1、铜（以 Cu 计）质量分数“58.12%”为现生产使用企业认可的含量，对应碱式氯化铜含量为 97.66%，按经验值换算为 98%，参考欧盟铜（以 Cu 计）为 53%，对应碱式氯化铜含量为 89%，同样按经验值换算为 90%，因此对铜（Cu）质量指标不进行修订。                  3、二噁英及指示性多氯联苯，测费用较高，且检测困难检测周期长，如将此指标列入，容易对部分企业造成困难，部分企业对出口产品进行了检测，暂未发现二噁英及指示性多氯联苯超欧盟标准；                  4、现有铜含量检测方法经过试验验证，符合精密度和适用性要求，不需修订；                  5、出厂检测及型式检验项目按照目前标准内容修订。</p>

附表 6（续）：碱式氯化铜主要生产使用企业反馈意见汇总表

企业名称	修订意见	采纳情况
昕嘉生物技术（长沙）有限公司	无	
湘潭云萃环保技术有限公司	无	
株洲市中南饲料原料有限公司	无	
深圳市环保科技集团股份有限公司	无	
深圳市宝安东江环保技术有限公司	无	
广东蜀星生物科技有限公司	无	
韶关绿鑫环保技术有限公司	无	
清远市中宇环保实业有限公司	无	
深圳市东江饲料添加剂有限公司	无	
浙江奔乐生物科技股份有限公司	无	
福建深纳生物工程有 限公司	无	
湖南德邦生物科技股 份有限公司	无	