

# 团 体 标 准

T/NAIA 0006—2020

## 畜禽饲料粪尿能值的测定

(征求意见稿)

2020-XX-XX 发布

2020-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

## 前 言

本标准的编写格式符合 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分 标准的结构和编写》规定编写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准由宁夏大学、宁夏饲料工程技术研究中心、宁夏兽药饲料监察所、宁夏饲料工作站、宁夏农林科学院、宁夏昊标检测服务研究院、宁夏化学分析测试协会起草。

本标准主要起草人：辛国省、刘辉、卜姣姣、燕翀、杨仪、丁园、高巧仙、王建林、武晓宏、谢荣国、张艳、张小飞、王京。

本标准于 2020 年 XX 月 XX 日首次发布。

# 畜禽饲料粪尿能值的测定

## 1 范围

本标准规定了畜禽饲料粪尿在绝热型、等温型或静态型氧弹热量计测定总能的方法。由此方法获得的结果是在热量计温度下试样燃烧产热聚集到恒定体积水中的总热值。

本标准适用于畜禽饲料粪尿总能的测定。

注：25℃时热化学的国际标准温度被用作热值的参照温度。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本标准中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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6435 饲料中水分的测定

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T20195 动物饲料 试样的制备

## 3 原理

试样在氧弹式热量计中充分燃烧，测量由其燃烧所产生的热量而引起热量计系统温度变化的方法来计算总热值，也称为总能。测定过程中，除试样外其他因素产生的热量应予以扣除校正，包括点火线、聚乙烯袋、滤纸等。

## 4 试剂与材料

4.1 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 氧：能充填氧弹压力至 3MPa，纯度大于 99.9%。

4.3 点火线，包含下列：点火丝，镍/铬丝(直径 0.16—0.20mm)，或铂丝(直径 0.06—0.10mm)。棉线，白纤维。

4.4 聚乙烯膜：尺寸 30mm×5mm 的薄膜。

4.5 聚乙烯袋。

4.6 定量滤纸。

4.7 苯甲酸：热化学标准，被国家的试验权威机构鉴定过的。除压片外不得经干燥或任何其他处理。

## 5 仪器和设备

- 5.1 热量计。
- 5.2 温度计：精确到 0.1℃。
- 5.3 分析天平：感量 0.0001g。
- 5.4 压片机。
- 5.5 气压调节器。
- 5.6 压力表：范围从 0MPa 到 5MPa，指示氧弹中压力。
- 5.7 实验室用粉碎机。
- 5.8 分析筛：孔径 0.42 mm(40 目)。

## 6 试样制备

### 6.1 饲料试样的制备

饲料样经烘干、粉碎，通过 40 目标准筛，用压样机压成饼状（1-1.5g），在称量样品的同时，按照 GB/T 6435 进行水分含量测定，以便换算成干物质基础的热价。含脂肪高的饲料（如脂肪含量高于 5%以上时），则不可用压样机，以避免脂肪的损失。可用已知燃烧热的滤纸将样品包好，置于坩埚中燃烧，最后扣除滤纸的热价。

注：不得将粉碎的样品直接放入坩埚中燃烧，避免充入氧气时将样品吹出坩埚，造成测定结果偏低。如用制备好的全干样测定其热价，效果最好。样品压片松紧度要适宜，以转移成型片样时不散碎为宜。

### 6.2 粪便的制备

取经烘干、粉碎、制备好的粪样，按上述饲料样品相同方法，压制成片状（1-1.5g）即可。

### 6.3 尿样的制备

取无污染的尿液 10mL-15mL，分批次慢慢滴加在定量滤纸上，放入 60℃ 的恒温干燥箱中烘干。

注：定量滤纸加入尿样前应干燥恒重并记录；尿液滴加过程中要确保滤纸吸收完全。

## 7 测定步骤

### 7.1 热量计的有效热容量的测定

热量计有效热容量的测定与试样热容量测定方法一致（7.3），若已知有效热容量值有问题，或已超过 6 个月的时间间隔，应测定热量计的有效热容量（E）。

### 7.2 试样热容量测定

7.2.1 取已制备完试样（6），放置于氧弹坩埚中。

7.2.2 严格的将一点火丝连接至氧弹的接点。绑一已知质量的棉线或聚乙烯膜至点火丝，使棉线或聚乙烯膜的另一端接触到试样。

注：为了方便，可用已知质量、固定长度的棉线。使用于每次热值测定的该长度应与使用于测定热量计的有效热容量的长度一致。如果使用聚乙烯膜同样适用。

7.2.3 加 5-10mL 水至氧弹，装好氧弹，缓慢充氧至 3MPa 压力，不必替换原有的空气。如果不慎充氧超过 3.3MPa，放弃此次测试重新开始。

7.2.4 测定工作

全部测定工作分为 3 期：燃烧前期（即初期）、燃烧期（即主期）及燃烧后期（即末期）。

7.2.4.1 燃烧前期（即初期）是燃烧之前的阶段，如果在 5min 期间温度变化率值得平均差超过 0.001℃/min，继续以 1min 间隔读取温度直至在 5 min 期间温度变化率值得平均差超过 0.001℃/min。前期的终温是主期初始温度（ $t_0$ ）。

7.2.4.2 燃烧期（即主期）在主期最初几分钟，读取温度精确到 0.001℃将是不可能的，但是尽可能快的开始读至此精度并继续到测试结束。主期不必以达到最高温度结束。主期的最后温度（ $t_n$ ），这是后期的初始温度。

7.2.4.3 燃烧后期（即末期）这周期是以第一个温度开始后的另一个 5min 周期，单独的温度变化率值的平均差不高于 0.001℃/min 这里第一个温度是指终温（ $t_n$ ）。

7.3 氧弹内含物的评估

从热量计移去氧弹，检查释放压力和打开氧弹，检查氧弹内部，如果可见未燃的试样或乌黑的沉积物，试验作废，重复测试。

## 8 结果计算

测试样总能计算公式如下式，其数值用 J/g 表示。

$$Q = \frac{E(t_n - t_0)}{m}$$

式中：Q—恒定量的测试样的总能，J/g；

E—热量计的有效热容量，5 次测定的平均值（见 7.1），J/℃；

$t_0$ —经温度计误差校正的点火温度，℃；

$t_n$ —经温度计误差校正的终温，℃；

m—测试样的质量，g。

## 9 重复性

在重复性条件下，完成两个平行测定的结果的相对偏差不大于 5%。

---