



中华人民共和国国家标准

GB/T××××-202×

饲料总能的测定氧弹量热法

Determination of gross calorific value of feeds—Bomb calorimetric method

(公开征求意见稿)

(本稿完成日期：2023.12.18)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

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。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC76）提出并归口。

本文件起草单位：河南工业大学、河南牧业经济学院、河南中标检测服务有限公司。

本文件主要起草人：王金荣、唐桂芬、乔汉桢、甘利平、王朋、王海燕、段二珍、姬向波、李新峰、刘昆、段海涛、赵雪峰、赵林萍。

饲料总能测定 氧弹量热法

1 范围

本文件描述了饲料中总能氧弹量热测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料中总能测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 10647 饲料工业术语

GB/T 14599 纯氧、高纯氧和超纯氧

GB/T 20195 动物饲料试样的制备

3 术语和定义

GB/T 10647 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

总能 gross calorific value

饲料完全燃烧所释放的热量，以焦耳/克（J/g）为单位表示。

4 原理

在氧弹式量热仪中，待测物料（一定质量的饲料试样、点火丝、氧弹中的杂质气体氮等）在氧气中完全燃烧后所释放的总能量。根据试验燃烧前后量热仪容器中水的温升，并对量热仪的平均有效热容、点火丝等附加热进行校正后计算总热值，即为饲料试样的总能。

5 试剂或材料

5.1 水：GB/T 6682，三级水。

5.2 氧气：纯度符合GB/T 14599 纯氧规定要求，压力足以使氧弹充氧至3.0MPa。

5.3 点火丝

5.3.1 金属丝：直径为0.16 mm至0.20 mm的镍铬丝，或在燃烧期间具有良好热特性的其他合适导线。

5.3.2 棉线：粗细均匀，不涂蜡的白色纤维棉线。

5.4 苯甲酸热值标准物质：其标准热值经由公认的标准化机构认证（或具有明确可追溯的认证）。

5.5 酸洗石棉绒：使用前在800℃下灼烧30 min。

6 仪器设备

6.1 分析天平，感量 0.1 mg；

6.2 样品筛：60 目筛；

6.3 电热恒温干燥箱：温度可控 120℃；

6.4 全自动量热仪：能自动计算分析试样燃烧热值，燃烧热值的结果以焦耳每克(J/g)或兆焦每千克(MJ/kg)单位报出。氧弹由耐热、耐腐蚀的镍铬或镍铬钼合金钢制成，需要具备三个主要性能：由耐热、耐腐蚀的镍铬或镍铬钼合金钢制成，弹筒容积为(250~350)mL，弹头上应装有供充氧和排气的阀门以及点火电源的接线电极。

6.6 附属设备

6.6.1 燃烧皿(坩埚)：可采用铂或镍铬钢制品，在保证试样燃烧完全而本身又不受腐蚀和产生热效应的情况下，也可以使用其他合金钢或石英制的燃烧皿。坩埚规格应与氧弹内置坩埚架匹配。

6.6.2 压力表、氧气导管和充氧装置

压力表共有2个，一个指示氧气瓶中的压力，一个指示充氧时氧弹内的压力，按照相关规定进行定期检定。压力表应采用耐高压管路与氧弹充氧装置连接，使氧弹充入氧气。

6.6.3 压片机(可根据情况选择使用)

压片机能压制直径10 mm的饲料片。模具及压杆应由硬质钢制成，表面光洁，易于擦拭。

7 样品

饲料样品按GB/T 20195制备样品不少于200 g。固体样品粉碎使其全部通过0.25 mm孔径的样品筛，充分混匀，装入磨口瓶或自封塑料袋中保存，备用；油脂类等液态样品机械混匀，装入磨口瓶中保存，备用；半干样品需进行风干后按照固体样品进行样品制备。

8 试验步骤

8.1 热容量标定

使用标准物质苯甲酸进行5次重复试验。5次苯甲酸重复测定的结果，其平均值与标准热值之差不超过50J/g，其相对标准偏差不应超过0.20%；若超过0.20%，再补做试验直至符合要求，取5次结果的平均值，修约至1J/K，作为该仪器的热容量。

8.2 试验准备

8.2.1 燃烧皿的准备

提前洗净烘干，置于电热恒温干燥箱中 120℃烘干 30 min 后放在干燥器中冷却备用。

8.2.2 点火丝的准备

金属丝：仪器设备自带标准点火导线(镍铬丝)；或自制，量取 10 cm 的点火导线数根或长度一致的点火导线。

棉线：仪器设备自带的棉线，燃烧热值 50J/根；或自制，量取一定长度的已知燃烧热值的棉线。

8.3 称取样品

取适量的样品进行压片，切取 0.6 g~1.0 g 压片试样（精确至 0.1 mg）置于燃烧皿中，或直接称取样品于燃烧皿中，或用已知燃烧热值的擦镜纸包裹样品于燃烧皿中。液态油脂类样品，可用已知燃烧热值的脱脂棉吸附后置于燃烧皿中。

对于不易燃烧完全的试样，可先在燃烧皿底垫上一个石棉垫，或用石棉绒做衬垫(先在皿底铺上一层石棉绒并压实)。如加衬垫仍燃烧不完全，可提高充氧压力至 3.2MPa。

8.4 测定

8.4.1 装镍铬丝、系棉线

点火导线安装：卸下氧弹帽，将弹头部分置于弹头支架上，将固定长度的镍铬丝两端装入电极并保持良好接触，且勿使镍铬丝接触燃烧皿或弹筒外壁，导致点火失败甚至烧毁燃烧皿。熔断式点火方式需要每次安装点火导线，为保证每次试验点火热值一致，点火导线的长度应保持一致。非熔断式点火方式不需要每次安装。

系棉线：在点火导线中间位置系上棉线并压在饲料饼块下，液体样品棉线直接浸入液体内部，以确保点火成功。为保证每次试验点火热值一致，棉线的长度应保持一致。

8.4.2 充氧

往氧弹中加入 10 mL 实验用水。小心拧紧氧弹盖，注意避免燃烧皿和点火丝的位置因受震动而改变，连接氧气装置并缓缓充入氧气，直至压力到 2.8 MPa~3.0 MPa，达到压力后的持续充氧时间不得少于 15 s；如果不小心充氧压力超过 3.2MPa，停止试验，放掉氧气后，重新充氧至 2.8MPa~3.0MPa。

8.4.3 上机测定

打开全自动氧弹能量仪开关，待自检稳定后输入试样编号、样品质量、热容量、棉线热值等信息，按仪器操作说明书进行测定。实验结束后，取出氧弹，开启放气阀，放出燃烧废气，打开氧弹，仔细观察弹筒和燃烧皿内部，如果有试样燃烧不完全的迹象或有炭黑存在，应重新测试样品。

9 试验数据处理

试验结果在主机或电脑显示后，核对输入的参数，确定无误后报出测定结果或打印报告。

饲料总能的测定结果精确到 1J/g 或 0.01MJ/kg，取两次平行测定结果的平均值，按 J/g 或 MJ/kg 的形式报出。

10 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2%。
