中华人民共和国国家标准《饲料总能的测定 氧弹量热法》

编制说明

(公开征求意见稿)

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 《饲料总能的测定 氧弹量热法》标准编制组

2023年12月

目 录

一、工作简况	4
1.任务来源	4
2. 标准制定背景	4
3. 主要工作过程	7
3.1 成立标准编制小组	7
3.2 国内外相关标准和文献资料查询	8
3.3 技术路线和项目方案的制定	8
3.4 开展方法学研究、样品检测	9
3.5 编写标准文本和编制说明征求意见稿、征求意见	9
3.6 征求意见和方法验证	9
3.7 标准预审稿的编制	1
二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据	1
1. 标准编制原则	1
2. 主要技术内容确定的依据	2
2.1 国内外相关标准文献	2
2.2 样品来源	3
2.3 术语和定义	3
2.4 原理	3
2.5 方法研究	4
2.5.1 样品的选择	4
2.5.2 饲料质量对总能测定的影响	4

2.5.3 饲料粉碎粒度对饲料总能测定的影响	7
2.5.4 不同型号设备对饲料总能测定的影响	9
2.5.5 点火丝对饲料总能测定的影响	11
3. 方法的性能指标考察	14
3.1 精密度实验	14
3.2 准确度实验	15
3.3 方法适用性	16
三、试验验证的分析综述报告	21
四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况	23
五、采标情况	23
六、与有关法律、法规的关系	23
七、重大分歧意见的处理经过和依据	24
八、涉及专利的有关说明	24
九、贯彻标准的要求和措施建议	24
十、其他应予说明的事项	24
参考文献	25

一、工作简况

1.任务来源

根据 2021 年国家标准化管理委员会下达的 2021 年第四批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知(国标委发【2021】41号),由河南工业大学和河南牧业经济学院共同承担《饲料总能的测定 氧弹量热法》国家标准制定工作(项目编号 20214597-T-469),本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC76)提出并归口。

2. 标准制定背景

2020年9月27日,国务院办公厅发布"国务院办公厅关于促进畜牧业高质量发展的意见"(国办发〔2020〕31号)指出:要"建立健全饲料原料营养价值数据库,全面推广饲料精准配方和精细加工技术"。而全面正确评价饲料营养价值是建立饲料原料营养数据库的支撑,也是实现精准配方与精细加工及精准饲喂的基础。能量是评价饲料营养价值最重要的指标之一,通过对各种饲料的总营养价值进行评定,提出不同动物的能量需要量,制定饲养标准,根据不同的能量评价体系,研究动物的能量物质代谢影响以及提高饲料能量利用效率等,进而实现养殖动物的精准饲喂。我国地域辽阔,各地自然气候和资源条件,以及经济水平等差异较大,而畜禽等农业动物品种以及饲料原料类别繁多,都具有不同类型的地区特点。急需研究解决适合各地区发展的饲料生产供应和营养需要这个根本性科学技术问题,最终进一步明确其饲料或日粮的营养价值,提出更接近生产实际的营养需

要量和饲养标准(能量)和提高饲料利用效率的有关措施,真正达到饲料合理利用和科学饲养的目标。

饲料的能值是评定饲料营养价值的重要指标,其检测方法和检测 仪器的研究一直受到人们的关注。国际上许多科技发达国家畜禽能量 代谢研究的长期稳定发展的实践以及我国在本领域研究实例都充分 证明,能量物质代谢是动物营养学科应用基础性的重要分支,是动物 体内物质代谢规律和营养需要量的基础。国际上对能量的研究从自由 研究发展到被国际承认并正式成立了"农畜能量代谢"学术组织(1958年),每3年定期举行一次国际学术研讨会,并出版发行了每届的"农 畜能量代谢论文集",通过学术交流对该领域的巩固发展起重要推动 作用。进入21世纪,精准饲喂概念的提出,使能量代谢的研究由此 进入了更加稳定深入研究的新阶段,至今仍在不断发展且取得更大进 展。

随着饲料工业和现代畜牧业的快速发展,我国不仅面临着优质蛋白质饲料原料紧缺的问题,能量饲料原料紧缺状况也日益突出,尤其是大豆油脂等优质能量原料供应不足,价格不断上涨。市场上不同种类及来源的油脂产品种类多样,很多以添加剂预混料的形式进行销售和使用,很容易造成监管的缺失,严重甚至会导致饲料安全问题发生。目前对于饲料中能量测定方法通常采用氧弹量热仪测量方法,但没有统一的检测技术标准。国际上能量测定方法有 ISO9831-1998.08.01:动物饲料、动物产品、粪或尿总能值的测定—氧弹量热法;

ISO1928-2020.10: 煤炭和焦炭总能值的测定。其中 ISO9831 中有关

于饲料燃烧热的测定,采用的仪器设备还是原始的内筒、外筒、可变温度计、氧弹等手动测定方法,目前的氧弹量热仪基本是全自动测量,其测定步骤及能值计算都与 ISO9831 有很大差异,不适用于现有条件下饲料总能的测定。我国现有的关于能量或热量测定的相关标准是煤炭发热量的测定,即"GB/T213-2008 煤的发热量测定方法",该方法是在 ISO1928:1995《固体矿物燃料-氧弹量热法高位发热量的测定和低位发热量的计算》基础上进行修改采用,并形成国家标准。食品中热量的测定目前国内只有《食品营养标签管理规范》中规定的热量换算方法,还没有食品中热量的直接测定方法,国外采用氧弹法测定食品的热量。

本项目拟通过氧弹量热仪测定饲料完全燃烧释放的热量,建立饲料总能的测定技术标准,规范饲料总能测定技术,从测定原理、分析条件、检测参数、结果评定等方面进行全面分析比较,建立饲料总能分析方法标准。饲料总能测定方法的建立,是国内急需的公益性饲料质量评价关键技术,为饲料营养质量评价提供了技术支撑,也为动物营养物质代谢及营养需要量的研究奠定基础。该方法用于检测饲料总能,为精确饲料配方、动物精准饲喂、饲料原料能量数据库的建立、动物营养需要量及饲养标准的建立等提供了技术保障。通过分析饲料总能,根据动物营养需要准确提供日粮配方,减少饲料成本,具有明总能,根据动物营养需要准确提供日粮配方,减少饲料成本,具有明显的经济效益。同时由于精确配方、精准饲喂及科学的饲养标准的建立提高了养殖动物的饲料利用效率,并能减少动物养殖过程中废弃物排放,减轻环境压力,具有显著的社会效益和生态效益。

3. 主要工作过程

3.1 成立标准编制小组

2022年1月,河南工业大学和河南牧业经济学院接到《饲料总能的测定 氧弹量热法》国家标准制定项目任务后,组织了相关人员对该标准的具体工作进行了认真细致的研究,确定了总体工作方案。由于该标准制定任务紧,涉及内容较为复杂,尤其是仪器设备的差异可能会导致检测标准普适性的问题,经双方单位共同研讨,并一致同意引入河南中标检测服务有限公司作为参与单位。河南中标检测服务有限公司主要从事农产品质量安全检测,在过去的3年中承接了大量配合饲料、牧草、玉米等饲料样品的总能以及动物实验代谢物的粪能、尿能测定,尤其是大批量科研样品能量的测定。此外,该公司还为许多饲料企业提供各种饲料原料及饲料产品总能测定的定点服务,具有丰富的饲料能值测定的经验。在三方单位共同研讨,成立了标准编制小组,制定工作计划,落实了参与标准制定的人员及分工,详见表1。

表 1 标准主要起草人员及任务分工

人员	承担任务
王金荣	项目主持人。方案设计、标准文本和编制说明编制和完善、征求意见、报批
唐桂芬	项目统筹、协调实施
乔汉桢	项目实施、标准文本和编制说明编写和完善、征求意见收集及汇总
王朋	检测方法研究
甘利平	检测方法研究
王海燕	检测方法研究
段二珍	检测方法研究
姬向波	检测方法研究

李新峰	检测方法研究
刘昆	数据统计分析
段海涛	数据统计分析
赵雪峰	检测方法研究
赵林萍	样品收集

3.2 国内外相关标准和文献资料查询

2022年1月~2022年2月,标准编制小组成员查询和收集了国内外相关标准和文献资料,确立了标准制定指导思想。

3.3 技术路线和项目方案的制定

2022年2月,标准编制小组根据前期查询的标准和文献资料,经讨论制定了标准制定技术路线和试验方案,技术路线如图1所示。

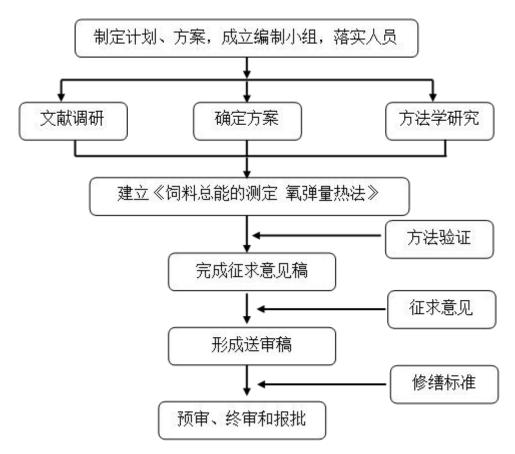


图 1. 标准制定技术路线图

- 3.4 开展方法学研究、样品检测
- 2022年3月~2022年9月,标准编制小组确定了标准修订工作思路,收集了饲料原料、配合饲料和精料补充料样品开展能量测定的方法学研究和实际样品测定。
 - 3.5 编写标准文本和编制说明征求意见稿、征求意见
- 2022年10月,标准编制小组完成了标准文本、编制说明初稿征 求意见稿的编制工作。
 - 3.6 征求意见和方法验证
- 2022年10月标准编制小组将起草完成的国家标准《饲料总能的测定 氧弹量热法》标准文本和编制说明征求意见稿发送给国家饲料质检中心、省部级饲料质检机构、大中型饲料企业实验室、全国饲料工业标准化技术委员会委员等相关的质检机构、科研院所、高校、企业等单位的专家征求意见。

本次发函定向征求意见1个月,共发函单位25个,回函单位20个、未回函单位5个,提出意见单位17个,无意见单位3个;共提出意见143条,采纳87条,部分采纳或不采纳55条。标准编制小组根据征求得到意见和建议,对标准草案和编制说明进行认真的修改、完善,并补充相关数据。

2022年10月~2023年4月,标准编制小组分别委托四川威尔检测技术股份有限公司、河南海瑞正检测技术有限公司和河南全印检测技术有限公司3家检测机构开展国家标准《饲料总能的测定 氧弹量热法》方法验证工作。

3.7 标准预审稿的编制

2023年5月,标准编制小组根据征求的意见和建议,进一步补充、修改完善标准文本和编制说明,形成国家标准《饲料总能的测定氧弹量热法》预审稿,送全国饲料工业标准化技术委员会秘书处审核。

3.8 公开征求意见稿的编制

2023年12月,标准编制小组根据预审的意见和建议,进一步补充、修改和完善标准文本和编制说明,形成国家标准《饲料总能的测定 氧弹量热法》公开征求意见稿,送全国饲料工业标准化技术委员会秘书处审核。

二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

1. 标准编制原则

本文件的结构、技术要素和表达方法按照 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》和 GB/T 20001.4-2015《标准编制规则第 4 部分:试验方法标准》的规定和要 求进行编写。

2. 主要技术内容确定的依据

2.1 国内外相关标准文献

经过查阅研究国内外饲料、谷物、食品、煤炭等相关领域的氧弹量热法测定能量的检测标准、检测方法和重要参考文献,归纳总结见表 2。

表 2 能值的检测标准、方法主要文献

序号	方法名称	适用范围	主要内容	文献出处
	ISO 9831:1998 Animal feeding		规定了在绝热、等温或静	
	stuffs, animal products, and	饲料,动	态弹式热量计中以恒定	
1	faeces or urine—Determination of	物产品,	体积测定动物饲料、动物	ISO 标准
	gross calorific value—Bomb	粪,尿	产品和粪便或尿液的总	
	calorimeter method		热值的方法。	
	ISO1928:2020 Coal and		规定了在燃烧容器量热	
2	coke—Determination of gross	煤炭,焦	计中测定固体矿物燃料	ISO 标准
2	calorific value	炭	在恒定体积和25℃参考	150 小小庄
	caronne varue		温度下的总热值的方法	
	煤的发热量测定方法 GB/T213-2008		规定了煤炭等固体矿物	中国国家
3		煤炭等	燃料及水煤浆燃烧热值	标准
	GD/1213-2000		测定方法	WILE
4	30 Years of Research on Thermal	化学反	苯甲酸作为 DSC 测定升	J. O. Hill.
T	Analysis and Calorimetry	应热	华焓的校准剂	J. O. IIII.
5	A New Approach for Isothermal	测热系	 等温测热系统原理	H. Hojjati
	Calorimetric Technique	统研制	7 4m 4/4 W/ 2/1/2/1-7	等
	Determination of the Higher	猪粪	采用氧弹量热法测总能,	R. Wnetr
6	Heating Value of Pig Manure	14 X	仪器型号: 6200 No. 442	等, et al
	Treating value of Fig Manufe		M Parr	v, ctai
7	地沟油燃烧热的测定	地沟油	氧弹量热法,微机自动量	胡万鹏等

			热仪	
8	三种主食热量的测定—燃烧热测定实验的应用	大米面、 小麦粉、 玉米面	氧弹式量热计,手动式	赵丽娜等
9	自动氧弹、热量计热值误差测量 的不确定度评定	-	不确定度的分布及分析	孙坤瑜等
10	饲料总能和粪能的测定技术	饲料,粪	氧弹卡计,手动测量	赖建辉等
11	T/NAIA 006-2020 畜禽饲料粪 尿能值的测定	畜 禽 饲料粪尿	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。	宁夏分析 测试学会 团体标准

2.2 样品来源

本标准起草过程中用于方法学研究和方法验证的样品主要来源于市场销售和生产企业的饲料原料、配合饲料及精料补充料等不同类型的饲料产品。

2.3 术语和定义

(1) 总能 gross caloric value

总能的定义是根据 GB/T 10467 饲料工业术语给出,增加了表示单位。

饲料完全燃烧所释放的热量,以焦耳/克(J/g)为单位表示。

2.4 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。

- 2.5 方法研究
- 2.5.1 样品的选择

能量类饲料: 玉米、小麦、膨化玉米、大米、膨化大米。

蛋白类饲料: 豆粕、膨化大豆、生大豆粉、鱼粉、乳清粉。

饼粕类饲料:未膨化亚麻籽、膨化亚麻籽、油莎豆粕(去油、未去油)。

配合饲料:猪配合饲料1、猪配合饲料2、鸡配合饲料、小鼠配合饲料。

浓缩饲料:猪浓缩饲料1,猪浓缩饲料2,鸡浓缩饲料。

精料补充料: 牛精料补充料、羊精料补充料。

油脂类饲料:鸡油1,鸡油2,猪油1,猪油2,豆油,调和油,棕榈油,月桂酸,椰子油,磷脂,鱼油。

半固体类饲料:糖蜜1,糖蜜2。

- 2.5.2 饲料质量对总能测定的影响
- 2.5.2.1 不同饲料原料质量对饲料总能测定的影响

表 3 是不同样品质量对饲料原料总能测定的影响。样品质量在 0.4~1.2 g之间,对玉米、生大豆粉、乳清粉、未膨化亚麻籽 4 种饲料 原料的影响均表现为组间差异显著,对小麦、豆粕、鱼粉、乳清粉等 11种原料均表现为组间差异不显著。玉米(100目)称样量为0.4g、 $0.6\,\mathrm{g}$ 的总能测定值均显著低于 $0.8 \sim 1.2\,\mathrm{g}$ 称样量的总能测定值 (P <0.05)。总体趋势为:随着样品质量的增加,总能值略微增大,极差 为 240 J/g。生大豆粉称样量为 0.4 g 的总能测定值显著高于 0.6~1.2 g 称样量的总能测定值(P<0.05),总体趋势是随着样品质量的增加, 总能值略微降低。乳清粉称样量为0.4~0.8g的总能测定值均显著低 于 $1.0 \sim 1.2$ g 称样量的总能测定值 (P < 0.05)。未膨化亚麻籽称样量 为 $0.8 \sim 1.0$ g 的能值显著低于 0.4 g、0.6 g、1.2 g 称样量的能值 (P <0.05)

因此,对于饲料原料,样品质量选择 0.6~1.0 g 之间较为合适。

表 3 不同样品质量对饲料原料总能的影响

样品名称			称样量, g			P 值
선물 보다 있다 전에	0.4	0.6	0.8	1.0	1.2	_
玉米(100目)	16417 ^b	16458 ^b	16523a	16657a	16617ª	0.05
小麦	16453	16443	16449	16467	16512	0.496
未膨化玉米	16164	16069	16156	16172	16112	0.861
膨化玉米	17177	17193	17195	17188	17281	0.376
豆粕	17696	17648	17704	17761	17629	0.543
膨化大豆	20697	20692	20971	21409	20555	0.153
生大豆粉	21484a	21201 ^b	21080bc	21037bc	20860°	0.007

J/g

鱼粉	19217	19273	19252	19209	19326	0.768
乳清粉	15127 ^b	15168 ^b	15204 ^b	15325a	15303a	0.045
未膨化亚麻籽	25605 ^b	25957a	26094a	26354a	25787 ^b	0.047
膨化亚麻籽	25003	25705	25335	25030	25210	0.943
油莎豆粕(去油)	17048	16985	17021	17003	17004	0.701
油莎豆粕(未去油)	21472	21451	21438	21366	21403	0.306
大米 (100 目)	15799	15750	15765	15764	15790	0.808
膨化大米	16128	16464	16239	16401	16311	0.124

备注:同行平均值上标字母相同表示差异不显著 (P>0.05),上标字母不同表示差异显著 (P<0.05)。

2.5.2.2 不同配合饲料、浓缩饲料及精料补充料质量对总能测定的影响

表 4 是不同样品的质量对配合饲料、浓缩饲料和精料补充料总能测定的影响。从表中可以看出,除了其中一种猪浓缩饲料的质量对总能测定结果有影响外,其他饲料产品质量均无影响。因此,选择样品质量在 06-1.2 g。

表 4 不同样品质量对饲料产品总能的影响

J/g

样品名称	称样量,g					P 值
ALL BEND AM	0.4	0.6	0.8	1.0	1.2	_
	17133	17198	17210	17198	17177	0.147
鸡配合饲料2	16980	16992	16991	16976	16999	0.689
小鼠配合饲料	16635	16581	16600	16627	16631	0.575
猪配合饲料1	17051	17036	17023	16988	16990	0.285
猪配合饲料2	16625	16672	16673	16686	16698	0.175
猪浓缩饲料1	15648 ^a	15488 ^b	15475 ^b	15488 ^b	15547a	0.012
猪浓缩饲料2	15884	15852	15841	15852	15844	0.207
鸡浓缩饲料	11531	11562	11545	11555	11532	0.586
牛精料补充料	10200	10241	10231	10215	10220	0.486
羊精料补充料	16225	16250	16243	16235	16220	0.528

备注: 同行平均值上标字母相同表示差异不显著 (P > 0.05),上标字母不同表示差异显著 (P < 0.05)。

2.5.2.3 不同油脂质量及糖蜜质量对总能测定的影响

表 5 是不同油脂质量及糖蜜质量对总能测定的影响

样品		样	品质量 (g)		
名称	0.4	0.6	0.8	1.0	— P值
豆油	39375 ± 59	39380 ± 118	39364 ± 17	39331 ± 83	0.870
调和油	40241 ± 730	40397 ± 425	40587 ± 455	40225 ± 398	0.810
椰子油	37667 ± 407	37949 ± 634	37568 ± 19	37621 ± 87	0.632
棕榈油	39348b ± 11	$39455a \pm 39$	$39472a \pm 63$	$39438a \pm 47$	0.041
磷脂	$32472c \pm 42$	$32533b \pm 20$	$32595a \pm 22$	$32609a \pm 39$	0.003
月桂酸	36738 ± 132	36773 ± 31	36806 ± 25	36686 ± 176	0.622
鱼油	39811 ± 324	40090 ± 192	40361 ± 469	40609 ± 583	0.220
鸡油1	39998 ± 174	40161 ± 106	40025 ± 104	40044 ± 161	0.530
鸡油 2	39633 ± 714	40189 ± 263	40384 ± 242	40217 ± 552	0.323
猪油1	40011 ± 604	39593 ± 309	39759 ± 292	39875 ± 192	0.606
猪油2	39778 ± 155	39827 ± 131	39939 ± 95	39811 ± 130	0.490
糖蜜1	10047 ± 42	10001 ± 23	10056 ± 27	10051 ± 21	0.860
糖蜜 2	11777 ± 78	11712 ± 45	11789 ± 35	11748 ± 42	0.541

备注: 同表 4。

不同试样质量对豆油、调和油、椰子油、月桂酸、鱼油、鸡油 1、鸡油 2、猪油 1、猪油 2 等 9 种油脂和 2 种糖蜜总能测定结果的影响表现为组间差异不显著,豆油、椰子油、鸡油 1 质量为 0.6 g 时总能结果最高;调和油、月桂酸、鸡油 2、猪油 2 质量为 0.8 g 时总能结果最高;鱼油质量为 1.0 g 时总能结果最高;猪油 1 质量为 0.4 g 时总能结果最高。试样质量对棕榈油总能测定结果表现为差异显著,对磷脂总能测定结果表现为差异显著,对磷脂总能测定结果表现为差异显著,对磷脂总能测定结果表现为差异显著,对磷脂总能测定结果表现为差异显著,对磷脂

结果显著高于质量为 0.4 g 时的总能结果, 质量为 0.8 g 时总能结果最高; 磷脂质量为 0.8 g ~ 1.0 g 时总能结果显著高于质量为 0.4 ~ 0.6 g 时总能结果, 质量为 1.0 g 时总能结果最高。

综合饲料原料、配合饲料、浓缩饲料、精料补充料饲料质量及油脂、糖蜜对总能测定结果的影响分析,本标准的样品质量建议在 0.6~1.0 g。

2.5.3 饲料粉碎粒度对饲料总能测定的影响

ISO 9831-1990、德国 IKA 及美国 PARR 在氧弹热量仪的测定规程中并未对样品的粉碎粒度作要求。Sibbald 等在测定玉米、燕麦、鱼粉、肉粉的总能时,粉碎过 20 目筛。李仲玉等指出 PARR6300 氧弹热量计测定样品总能时,样品粉碎过 60 目筛或稍小并压成片状时燃烧最充分,粒径过大时易出现燃烧不充分。众多鸡代谢试验中饲粮、粪样均粉碎均过 0.5 mm 筛 (30~40 目)后测定总能。蔡阿敏等比较了粉碎粒度对氧弹式量热法测定全混合日粮 (TMR)总能的影响研究证明,60 目的粉碎粒度为最佳,即可保证测定结果准确,又可节省粉碎时间。因此,本标准研制过程中,采取样品 4 种粉碎粒度,即过 40、60、80 和 100 目筛进行测定。表 6 是不同粉碎粒度对饲料原料总能测定的影响。由表 5 可知,粉碎粒度对玉米和小麦总能影响均

表现为组间差异显著。玉米粉碎粒度为 40 目、60 目的总能测定值均显著高于 80 目、100 目的总能测定值(P<0.05)。小麦粉碎粒度为60 目和 80 目的总能测定值显著高于 40 目的总能测定值(P<0.05)。粉碎粒度对配合饲料、浓缩料、精料补充料的总能测定没有影响。

编制组根据数据统计及样品测定需要,本标准样品粉碎粒度选择 60 目。

表 6 不同粉碎粒度对饲料总能的影响

J/g

样品名称		P 值			
_	40	60	80	100	-
玉米	16792ª	16883a	16862 ^b	16657 ^b	0.011
小麦	16340 ^c	16497a	16570a	16473 ^b	< 0.01
猪配合饲料1	17023	16967	16912	17042	0.586
猪配合饲料 2	16663	16661	16683	16691	0.689
鸡配合饲料1	17205	17192	17199	17198	0.641
鸡配合饲料 2	16991	16972	16984	16980	0.596
鸡浓缩饲料	11542	11556	11567	11545	0.589
牛精料补充料	10212	10234	10239	10225	0.458

备注: 同行平均值上标字母相同表示差异不显著 (P > 0.05), 上标字母不同表示差异显著 (P < 0.05)。

2.5.4 不同型号设备对饲料总能测定的影响

氧弹量热法测定物质的热值,它是 1881 年由科学家伯斯路特发明的。该法是把一定量的样品放在充有高压纯氧的密闭弹筒 (即氧

弹)中完全燃烧,并使油燃烧放出的热量通过弹筒传递给水及仪器系 统,再根据水温的变化计算出样品的发热量。从最早的 GR3500 型通 用型氧弹热量计,使用贝克曼温度计进行温升测定,到数显型半自动 及现在通用的全自动氧弹热量计; 从熔断式点火丝到永久型点火丝, 恒容式测定到恒压式测定方式,热量计的自动化和智能化程度也不断 提高。不同的设备尽管仪器测定原理相同,但在测定过程繁杂程度差 别很大,可能会对结果造成影响。娄瑞颖等使用 IKAC200 氧弹热量 计测定 55 个中国玉米的 GE 平均值为 4579 cal/g D M, 变异系数为 1.04%。李全丰使用 PARR6400 氧弹热量计测定 100 个中国玉米的 GE 平均值为 4447 cal/g DM, 变异系数为 1.01%。因此, 编制组选择 了3种常见的热量计类型进行了设备间测定结果的比较,结果见表7。 3 台设备对不同的饲料原料测定总能的结果没有显著差异(P>0.1)。

表 7 不同设备对饲料原料总能值的影响 J/g

样品名称	IKA C6000	TYHW-2000	GR3500-SR1	CV, %	P
玉米(100目)	16523	16116	16043	1.59	
小麦	16449	16329	15982	149	
未膨化玉米	16156	15907	15343	2.64	
膨化玉米	17195	17193	16507	2.34	
豆粕	17761	17517	16985	2.28	0.472
膨化大豆	20409	20687	20056	1.55	0.472
生大豆粉	21080	21837	20552	3.05	
鱼粉	19209	19215	18248	2.95	
乳清粉	15325	15329	14722	2.31	
未膨化亚麻籽	26354	25499	25036	2.61	

₩ // 〒 〒 V7	25020	25002	22770	4.27	
膨化亚麻籽	25030	25893	23779	4.27	
油莎豆粕(去油)	17003	17319	16492	2.46	
油莎豆粕(未去油)	21366	21943	20660	3.01	
大米 (100 目)	15764	16048	15180	2.83	
膨化大米	16401	16617	15991	1.95	
小鼠配合饲料	16627	17072	15828	3.82	
鸡配合饲料	17198	16941	16527	2.00	
猪配合饲料1	16988	17103	16393	2,26	
猪配合饲料 2	16686	16646	16051	2.16	
猪浓缩饲料1	15488	15671	14760	3.15	
猪浓缩饲料 2	15852	15531	15202	2.09	
鸡浓缩饲料	11562	11453	11053	2.36	
牛精料补充料	10241	10191	9872	1.98	
羊精料补充料	16250	15980	15681	1.78	
椰子油	37949	37913	37901	0.07	
棕榈油	39455	39548	39321	0.29	
豆油	39380	40040	39580	0.85	
月桂酸	36773	36848	36576	0.38	
磷脂	32595	32844	32756	0.39	
糖蜜 1	10055	10046	9990	0.35	
糖蜜 2	11777	11707	11688	0.40	

2.5.5 点火丝对饲料总能测定的影响

孙坤瑜等对自动氧弹热量计热值误差测量的不确定度进行了分析,全自动氧弹热量计点火丝燃烧所产生的热量,等于实际燃烧的点火丝质量乘以点火丝的热值。测定中每次使用一个固定的点火丝,若全部燃烧,其产生的热量为48J,但实际每次只能燃烧1/4~2/5左右。表8是采用国产天宇TYHV-2000全自动量热仪测定饲料样品时引火丝燃烧情况。从表8可以看出,饲料样品测定的引火丝的燃烧热值范

围为:6~36J。由燃烧丝燃烧产生的热量不准确引起的测量不确定度按均匀分布考虑为2J。而饲料的燃烧热值通常大于10000J,燃烧丝的不确定度引起的饲料总能误差仅为0.02%。进口设备的引火丝属于非熔断式,不需要考虑引火丝带来的测定误差。国产的氧弹型热量计基本是以熔断式点火丝为主,每次测定前,需要用苯甲酸进行热容量的校正,引火丝通常也不能完全燃烧,与样品测定时引火丝的剩余量基本一致。因此,本标准研制过程中,编写组一致认为,全自动氧弹型热量计测定饲料总能,引火丝对总能的结果影响可以忽略,结果计算不需要进行校正。

表 8 饲料样品测定前后引火丝质量变化

序号	实验前 (g)	试验后 (g)	差值 (g)	燃烧热,J
1	0.0083	0.0057	0.0026	15.6
2	0.0076	0.0047	0.0029	17.4
3	0.0084	0.0053	0.0031	18.6
4	0.0075	0.0047	0.0028	16.8
5	0.0089	0.0048	0.0041	24.6
6	0.0083	0.0053	0.003	18.0
7	0.0086	0.0051	0.0035	21.0
8	0.0084	0.0053	0.0031	18.6
9	0.0091	0.0053	0.0038	22.8
10	0.0086	0.0051	0.0035	21.0
11	0.0088	0.0054	0.0034	20.4
12	0.0080	0.0046	0.0034	20.4
13	0.0081	0.0048	0.0033	19.8
14	0.0087	0.0048	0.0039	23.4
15	0.0081	0.0050	0.0031	18.6
16	0.0081	0.0047	0.0034	20.4

序号	实验前 (g)	试验后 (g)	差值 (g)	燃烧热,J
17	0.0078	0.0048	0.003	18.0
18	0.0089	0.0048	0.0041	24.6
19	0.0085	0.0037	0.0048	28.8
20	0.0078	0.0045	0.0033	19.8
21	0.0087	0.0048	0.0039	23.4
22	0.0079	0.0046	0.0033	19.8
23	0.0079	0.0047	0.0032	19.2
24	0.0087	0.0053	0.0034	20.4
25	0.0081	0.0047	0.0034	20.4
26	0.0087	0.0051	0.0036	21.6
27	0.0080	0.0045	0.0035	21.0
28	0.0079	0.0043	0.0036	21.6
29	0.0085	0.0064	0.0021	12.6
30	0.0079	0.0048	0.0031	18.6
31	0.0088	0.0051	0.0037	22.2
32	0.0086	0.0052	0.0034	20.4
33	0.0086	0.0052	0.0034	20.4
34	0.0079	0.0047	0.0032	19.2
35	0.0082	0.0047	0.0035	21.0
36	0.0080	0.0051	0.0029	17.4
37	0.0086	0.0052	0.0034	20.4
38	0.0085	0.0036	0.0049	29.4
39	0.0085	0.0050	0.0035	21.0
40	0.0079	0.0021	0.0058	34.8
41	0.0077	0.0045	0.0032	19.2
42	0.0080	0.0020	0.006	36.0
43	0.0079	0.0046	0.0033	19.8
44	0.0083	0.0073	0.001	6.0
45	0.0081	0.0045	0.0036	21.6
46	0.0082	0.0050	0.0032	19.2
47	0.0087	0.0036	0.0051	30.6
48	0.0086	0.0050	0.0036	21.6
49	0.0080	0.0047	0.0033	19.8
50	0.0085	0.0049	0.0036	21.6
51	0.0078	0.0050	0.0028	16.8

序号	实验前 (g)	试验后 (g)	差值 (g)	燃烧热,J
52	0.0079	0.0049	0.003	18.0
53	0.0078	0.0046	0.0032	19.2
54	0.0087	0.0051	0.0036	21.6
55	0.0087	0.0052	0.0035	21.0

3. 方法的性能指标考察

3.1 精密度实验

为了考察方法的重复性,分别选取膨化大豆、玉米、猪配合饲料、鸡配合饲料、猪浓缩饲料、鸡浓缩饲料和牛精料补充料按照标准的方法测定总能。表9为同一天不同时间测定结果,表10是连续7天测定的结果。从数据中可以得出,不管是同一天内测定,还是不同时间测定,不同样品的变异系数为0.12%~1.91%,说明应用该方法测定饲料样品的总能,具有很好的重复性和再现性。通过对方法适应性的考察(表12),对72份9大类饲料样品进行平行样品测定,其中71分样品两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值均小于2%,占测定样品总数的98.6%。因此,本方法的精密度规定为:在重复条件下,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%。

表 9 一天之内不同时间测定对饲料总能值的影响

J/g

样品名称				日月	力				CV,%
膨化大豆	20494	20649	20624	20854	20825	20741	20927	20787	0.64
玉米粉	16883	16880	16879	16876	16805	16793	16782	16845	0.24
鸡配合饲料	17198	17088	17145	17165	17190	17156	17181	17139	0.19
猪配合饲料1	16988	16952	16955	16991	16943	16925	16936	16921	0.15
猪浓缩饲料1	15488	15469	15502	15516	15467	15398	15450	15476	0.22
鸡浓缩饲料	11562	11589	11499	11601	11543	11512	11571	11560	0.29
牛精料补充料	10241	10212	10239	10209	10263	10259	10238	10249	0.18
调和油	40414	39828	39633	39943	39687	39834	39902	39986	0.21
糖蜜	10055	9991	9996	9937	10098	10001	9999	10089	0.09

表 1	10	连续七	天泇	定对	個料	兰 台	比的	割申	台

J/g

14 H 4 4L			测试	时间(第	5*天)			GVI A/
样品名称	1	2	3	4	5	6	7	- CV, %
膨化大豆	20494	20309	20510	20435	20576	20642	20661	0.58
玉米粉	16883	16789	16437	16509	16381	16496	16980	1.33
鸡配合饲料	17198	17214	17099	17483	17562	17312	17183	0.91
猪配合饲料1	16988	16785	17045	16813	16590	17214	17203	1.26
猪浓缩饲料1	15488	15609	15679	15611	15822	15859	15872	0.87
鸡浓缩饲料	11562	11607	11752	11468	11490	11810	11599	1.01
牛精料补充料	10241	10380	10011	10458	10512	10001	10431	1.91
调和油	40414	39857	40307	40459	39987	39856	39785	1.86
糖蜜	10055	10069	9993	9958	10012	10000	9990	0.95

3.2 准确度实验

为了考察方法准确度,以苯甲酸热值标准物质作为样品,进行总能的测定。不同的人重复测定 5 次,并与标准热值进行比较,结果见表 11。从表中可以看出,采用苯甲酸标准品对仪器进行准确度层,相对标准偏差均小于 0.1%,检测结果准确。

表 11 苯甲酸标准物质总能的测定 J/g测试 仪器型号 相对标准偏 测定次数 1 2 3 4 5 差,% 0.069 IKA C6000 26464 26453 26486 26437 24450 **TYHW-2000** 26491 26463 26445 0.067 26451 24462 В IKA C6000 0.066 26431 26434 26459 26462 24470 TYHW-2000 26453 26452 24478 0.062 26467 26435

3.3 方法适用性

为了考察方法本标准对不同饲料总能测定的适用性,选取了鱼粉、玉米粉、次粉、配合饲料、蛋白粉等 9 大类饲料产品 72 个样品进行总能的测定,并在推荐样品质量基础上,调整样品质量(以样品完全燃烧为标准),分别以焦耳/克(J/g)和兆焦/千克(MJ/kg)表示结果,计算其相对标准偏差,结果见表 12。从表中可以看出,对于不同饲料种类的样品采用该方法进行测定,结果平行性好,相对标准偏差只有一个样品超过 2%。同时,在本标准研制的样品质量范围内,

对部分易燃样品的质量进行调整,以考察不同样品对测定结果的影响。 结果表明,在样品完全燃烧条件下,样品质量对测定结果没有影响。

表 12 方法适用性考察结果

	石业				2 7 7 4 2 7			测力压	亚山丛	
序号	饲料	样品名称	重复	样品质	测定值	平均值	相对偏	测定值	平均值	相对偏
	种类			量g	J/g	J/g	差%	MJ/kg	MJ/kg	差%
1		玉米蛋白粉	1	0.7705	22955	22862	0.41	22.96	22.86	0.41
			2	0.3463	22768			22.77		
2		羽毛粉	1	0.1592	24031	24184	0.63	24.03	24.18	0.63
		., _ ,,	2	0.9977	24337			24.34		
3		猪肉粉	1	0.7506	24266	24337	0.29	24.27	24.34	0.29
3		111 (1 11)	2	0.7955	24408	2.337	0.23	24.41	21.31	0.23
4		国产鱼粉	1	1.466	20948	20928	0.10	20.95	20.93	0.10
		u) = w	2	1.1665	20907	20,20	0.10	20.91	20.73	0.10
5		豆粕	1	0.225	19058	19140	0.43	19.06	19.14	0.43
J		<i>3</i> 2./11	2	0.8058	19221	17140	0.43	19.22	17.14	0.43
6		DDGS	1	0.9044	17052	17020	0.19	17.05	17.02	0.19
O		DDGS	2	0.3994	16987	17020	0.19	16.99	17.02	0.19
7		市大小	1	0.7636	22079	22224	0.65	22.08	22.22	0.65
7	蛋白	鸡肉粉	2	1.3016	22368	22224	0.65	22.37	22.22	0.65
0	类饲	出風火	1	0.8084	17221	17202	0.47	17.22	17.20	0.47
8	料	肉骨粉	2	0.7839	17384	17303	0.47	17.38	17.30	0.47
0		三业	1	1.0891	19308	10201	0.04	19.31	10.20	0.04
9		豆粕	2	0.7742	19294	19301	0.04	19.29	19.30	0.04
4.0		A Jus	1	1.0728	22630		0.00	22.63		
10		肉粉	2	1.4579	22452	22541	0.39	22.45	22.54	0.39
		de la des	1	1.2631	24120			24.12		
11		鸡肉粉	2	1.1469	24029	24075	0.19	24.03	24.07	0.19
			1	0.765	24761			24.76		
12		鸭毛粉	2	0.2849	24498	24630	0.53	24.50	24.63	0.53
			1	1.3601	19263			19.26		
13		豆粕	2	1.8581	19285	19274	0.06	19.29	19.27	0.06
			1	0.2501	19388			19.39		
14		发酵豆粕	2	0.3075	19830	19609	1.13	19.83	19.61	1.13
15		玉米胚芽粕	1	0.8849	19582	19558	0.13	19.58	19.56	0.13

一	饲料	兴口 夕 初	垂 旬	样品质	测定值	平均值	相对偏	测定值	平均值	相对偏
序号	种类	样品名称	重复	量g	J/g	J/g	差%	MJ/kg	MJ/kg	差%
			2	0.7078	19533			19.53		
16		46豆粕	1	0.7873	18906	18921	0.08	18.91	10.02	0.08
10		40 豆和	2	1.0074	18936	18921	0.08	18.94	18.92	0.08
17		棉粕1	1	0.9066	19210	19206	0.02	19.21	19.21	0.02
1 /		시 마 시 티 I	2	1.7167	19202	19200	0.02	19.20	19.21	0.02
18		43豆粕	1	1.6397	18617	18735	0.63	18.62	18.73	0.63
10		4 3 22/11	2	1.4219	18852	10/33	0.03	18.85	10.73	0.03
19		动物蛋白粉	1	0.2615	23770	23773	0.01	23.77	23.77	0.01
1)		为初出口彻	2	0.2857	23776	23113	0.01	23.78	23.11	0.01
20		棉粕2	1	1.0349	14000	13849	1.09	14.00	13.85	1.09
20		4144HZ	2	1.2059	13697	1304)	1.07	13.70	13.63	1.07
21		豆粕1	1	0.6092	18682	18728	0.25	18.68	18.73	0.25
21		3L/ 1	2	1.1261	18774	10720	0.23	18.77	10.75	0.23
22		豆粕2	1	0.8301	18499	18551	0.28	18.50	18.55	0.28
22		<u> 1</u> 2/µ2	2	1.6786	18603	10331	0.20	18.60	10.55	0.20
23		越南鱼粉	1	1.6829	18547	18571	0.13	18.55	18.57	0.13
23		MEW	2	2.137	18594	10071	0.13	18.59	10.57	0.13
24		豆粕3	1	1.4562	13613	13567	0.34	13.61	13.57	0.34
21		-11-11H2	2	1.6719	13521	15507	0.5 1	13.52	13.57	0.5 1
25		菜粕1	1	1.5844	8452	8423	0.35	8.45	8.42	0.35
20		/K/H 1	2	1.8855	8393	0.123	0.55	8.39	0.12	0.55
26		菜粕2	1	0.2434	20720	20331	1.91	20.72	20.33	1.91
_0		>164H=	2	0.2239	19942	_0001	1.71	19.94	20.55	1.,, 1
27		棉粕3	1	0.9258	19068	19130	0.32	19.07	19.13	0.32
2,		THE YES	2	1.3786	19192	17120	0.32	19.19	17.13	0.32
28		菜粕3	1	0.6963	21315	21053	1.24	21.32	21.05	1.24
_0) to the	2	1.1555	20791	_1000	<u>-</u> .	20.79	21.00	<u>-</u> -
29		喷浆玉米皮	1	0.7965	17604	17649	0.25	17.60	17.65	0.25
_,		XX-1770	2	1.0765	17693	-, 0 15		17.69	-,,,,,	
30		次粉	1	0.5733	18369	18417	0.26	18.37	18.42	0.26
		7 C 17V	2	0.9216	18465	10117	0.20	18.47	102	0.20
31		玉米粉	1	1.1459	17402	17508	0.61	17.40	17.51	0.61
- -			2	0.8424	17614			17.61	, 1	
32	牧草	秸秆	1	0.9866	18117	18170	0.29	18.12	18.17	0.29

	饲料	样品名称	重复	样品质	测定值	平均值	相对偏	测定值	平均值	相对偏
	种类	什即石孙	生友	量g	J/g	J/g	差%	MJ/kg	MJ/kg	差%
	类		2	0.9118	18223			18.22		
33		牧草	1	0.6415	17518	17323	1.13	17.52	17.32	1.13
33		1八十	2	0.5661	17127	17323	1.13	17.13	17.32	1.13
34		鲤鱼料	1	1.6025	21152	21185	0.15	21.15	21.18	0.15
JT	水产	理些们	2	1.2546	21217	21103	0.13	21.22	21.10	0.13
35	类饲	鲤鱼料	1	0.6995	20986	21128	0.67	20.99	21.13	0.67
33	料	理些们	2	1.3479	21269	21120	0.07	21.27	21.13	0.07
36	17	黄鳝配合料	1	1.2964	20000	19987	0.07	20.00	19.99	0.07
30		英蜡配百有	2	1.5966	19974	17707	0.07	19.97	17.77	0.07
37		浓缩饲料1	1	1.3218	17550	17500	0.29	17.55	17.50	0.29
31		7K 5H 79 77 1	2	1.4601	17449	17300	0.27	17.45	17.30	0.27
38		生长育肥猪	1	1.8646	16753	16883	0.77	16.75	16.88	0.77
36		浓缩料	2	1.6857	17012	10003	0.77	17.01	10.00	0.77
39		母猪浓缩	1	1.2653	16762	16789	0.16	16.76	16.79	0.16
39		饲料	2	1.9437	16816			16.82		
40	浓缩	仔猪前期	1	0.7356	18517	18591	0.40	18.52	18.59	0.40
40	饲料	浓缩料	2	1.2358	18664			18.66	16.39	0.40
41		猪浓缩料	1	1.056	17264	17434	0.98	17.26	17.43	0.98
41			2	0.8656	17604	1/434	0.98	17.60	17.43	0.98
42		浓缩饲料	1	0.8135	18438	19550	0.65	18.44	10.56	0.65
			2	0.372	18679	18559	0.65	18.68	18.56	0.65
42		乳猪浓缩	1	2.3043	18338	18397	0.32	18.34	10.40	0.22
43		饲料	2	1.6101	18455			18.46	18.40	0.32
4.4		A 141	1	0.6782	39588	20/24	0.10	39.59	20.72	0.10
44		鱼油1	2	0.8940	39661	39624	0.18	39.66	39.62	0.18
45	油脂	442	1	0.6890	40263	40567	1.50	40.26	40.57	1.50
45	类	鱼油2	2	0.8996	40871	40567	1.50	40.87	40.57	1.50
4.6			1	0.7832	40148	40200	1.20	40.15	40.20	1.20
46		鸡油	2	0.8901	40632	40390	1.20	40.63	40.39	1.20
4.5		Wit 157 1	1	0.6089	10055	10022	0.64	10.02	10.02	0.64
47		糖蜜1	2	0.6634	9991	10023	0.64	9.99	10.02	0.64
40	糖蜜	始	1	0.6790	11095	11015	2.02	11.10	11.22	2.02
48		糖蜜2	2	0.6890	11435	11215	3.03	11.42	11.22	3.03
49		糖蜜3	1	0.8342	11708	11698	0.16	11.71	11.70	0.16

序号	饲料	样品名称	重复	样品质	测定值	平均值	相对偏	测定值	平均值	相对偏
)1. 2	种类	77 14 74 74	王久	量g	J/g	J/g	差%	MJ/kg	MJ/kg	差%
			2	0.6178	11689			11.69		
50		蛋鸡配合饲	1	0.3769	18117	18203	0.47	18.12	18.20	0.47
30		料	2	0.9759	18289			18.29		
51		仔鸡前期配	1	0.6532	18034	18101	0.37	18.03	18.10	0.37
31		合饲料	2	0.8776	18168			18.17	16.10	0.37
52		产蛋鸡配合	1	1.1233	14749	14898	1.00	14.75	14.90	1.00
32		饲料	2	2.0728	15047	14898	1.00	15.05	14.90	1.00
52	<u> </u>	肉鸡前期	1	0.6177	19123	10151	0.15	19.12	10.15	0.15
53	禽配	配合饲料	2	1.1772	19179	19151	0.15	19.18	19.15	0.15
- A	合饲	正必可人 W	1	1.0226	17002	15015	0.05	17.00	15.01	0.07
54	料	蛋鸡配合料	2	1.2022	17027	17015	0.07	17.03	17.01	0.07
		鸭饲料	1	0.8905	14719	14752	0.22	14.72	14.75	0.22
55			2	1.0137	14785			14.79		
		肉鸡前期配	1	1.2264	19515	10.00		19.52	40.74	
56		合饲料	2	0.7804	19496	19506	0.05	19.50	19.51	0.05
		肉鸡后期配	1	1.6694	19954			19.95		
57		合饲料	2	1.4128	20010	19982	0.14	20.01	19.98	0.14
		母猪前期	1	1.3365	17614			17.61		
58		配合料	2	1.3171	17793	17704	0.51	17.79	17.70	0.51
59		仔猪前期配	1	1.1268	18650			18.65		
		合饲料(教槽				18662	0.06		18.66	0.06
		期)	2	1.2888	18673			18.67		
		仔鸡中期配	1	1.2651	19553			19.55		
60		合饲料	2	1.5461	19542	19548	0.03	19.54	19.55	0.03
	猪配	猪中期配合	1	1.3258	17706			17.71		
61	合饲	饲料	2	1.1261	18088	17897	1.07	18.09	17.90	1.07
	料	妊娠母猪	1	0.6442	17364			17.36		
62	,,	配合饲料	2	1.3856	17393	17379	0.08	17.39	17.38	0.08
		生长肥育猪	1	1.3131	17297			17.30		
63		后期配合饲		-10 -2 -	-,-,,	17281	0.10	-,,-	17.28	0.10
		料	2	1.3657	17264	🗸 🚣		17.26	0	2.20
		生长肥育猪	1	0.534	18227	18231	0.02	18.23	18.23	0.02
64		配合料1	2	1.1557	18234		-	18.23		0.02
65		生长肥育猪	1	1.159	17840	17835	0.03	17.84	17.83	0.03

序号	饲料	样品名称	重复	样品质	测定值	平均值	相对偏	测定值	平均值	相对偏
万万	种类	什如石孙	里友	量g	J/g	J/g	差%	MJ/kg	MJ/kg	差%
		配合料2	2	1.7289	17829			17.83		
66		仔猪后期配	1	1.4183	17555	17607	0.90	17.56	17.70	0.90
00		合饲料1	2	1.1966	17838	17697	0.80	17.84	17.70	0.80
67		仔猪后期配	1	1.5201	17611	17624	0.07	17.61	17.62	0.07
07		合饲料2	2	1.1083	17636	1/024	7624 0.07	17.64	17.62	0.07
68		仔猪后期配	1	1.3521	17380	17270	0.01	17.38	17 20	0.01
08		合饲料3	2	1.7296	17377	17379	0.01	17.38	17.38	0.01
69		仔猪前期	1	1.6333	19011	19011	0.00	19.01	10.01	0.00
09		配合料	2	1.1725	19010	19011	0.00	19.01	19.01	0.00
		仔猪前期配	1	0.8677	17825			17.83		
70		合料 (保育	2	1.2934	17825	17825	0.00	17.02	17.83	0.00
		期)	2	1.2934	1/823			17.83		
71		X++ 4	1	0.7896	18116	19242	1 24	18.12	10.24	1 24
71	宠物	猫粮1	2	0.8564	18369	18242	1.34	18.37	18.24	1.34
72	饲料	XH 4岁 2	1	0.7845	19456	10612	1.50	19.46	10.61	1.50
12		猫粮2	2	0.6598	19768	19612	1.59	19.77	19.61	1.59

- 3.4 根据预审意见、函审意见补充的内容
- 3.4.1 范围是否包括油脂类饲料原料及糖蜜

根据预审审查意见:对"范围"进行细化,确定是否包括油脂类饲料原料和糖蜜并在编制说明中给出依据,选取油脂类样品和糖蜜样品进行样品质量实验和精密度实验进行补充。样品质量实验结果见表5,精密度实验结果见表9和表10的最后两个样品,平行实验测定结果变异系数均小于2%,重复性良好,符合要求。

因此, 本标准方法可用于油脂样品和糖蜜总能的测定。

3.4.2 方法适用性补充秸秆、油脂类饲料原料、水产饲料及宠物 饲料数据

在标准适用性中已经补充上述饲料数据。

3.4.3 建议编制说明根据饲料种类对相关数据进行整理 已经按照饲料分类对标准适用性数据进行分类整理(表 12), 共9大类72份饲料样品。

3.4.4 建议梳理和确定"水分""粒度""称样量""是否压片" 等因素对检验结果的阳性,规范试验条件。

本试验所采用的饲料样品均为风干样品,不影响样品测定结果;油脂类和糖蜜类样品均可直接测定。半干样品建议进行风干后进行测定。粉碎粒度对测定结果的影响见表 6,粉碎粒度对配合饲料总能测定结果没有影响,但是对小麦和玉米测定结果在统计学上有差异,根据统计分析结果本标准方法制定的粉碎粒度为过 60 目筛。样品质量对结果的影响见表 5,样品质量对测定结果没有影响,根据样品燃烧情况,本标准推荐 0.6-1.0 g 样品。在标准适用性实验中,选择推荐样品质量的±100%的样品质量进行测定,并不影响检测结果。饲料压片对检测结果没有影响。

3.4.5 根据试验数据进一步核实精密度

根据精密度试验和适用性试验,本标准的精密度规定为2%(见3.1)。

三、试验验证的分析综述报告

方法完成定向征求意见稿后,二家具有 CMA 资质的第三方检测 机构对起草单位标准进行技术验证。标准验证结果满足要求。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

见表 2。

五、采标情况

无。

六、与有关法律、法规的关系

本标准的制定符合现行法律法规和强制性国家标准的要求。在标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章。与相关的各种基础标准相衔接,遵循政策性和协调统一性的原则。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

标准在制定过程中,标准编制组收集调研了国内外相关标准和文献资料,并听取国家和省部级饲料检测试验室、主要生产企业技术专家、全国饲料工业标准化技术委员会委员等相关的科研院所、高校、检测机构、企业等单位有关专家建议,对标准进行完善。目前编制组内意见一致,无重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

九、贯彻标准的要求和措施建议

- (1)首先应在实施前保证文本的充足供应,让每个使用者都能 及时得到文本。这是保证新标准贯彻实施的基础。
- (2)发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传,建议全国饲料工业标准化技术委员会秘书处及时组织标准宣贯、培训。
 - (3) 实施的过渡期宜定为 6 个月。

十、其他应予说明的事项

本标准发布后,作为推荐性标准执行。

参考文献

- 蔡阿敏,李鹏涛,范逸婷等.粉碎粒度对氧弹式量热法测定全混合日粮总能的影响[J]。动物营养学报,2019,31(9):4194-4199. 胡万鹏,郁亚娟. 地沟油的测定[J]. 安徽农业科学,2014,42(35):12411-12412
- 赖建辉, 田超. 饲料总能和粪能的测定技术[J]. 饲料工业, 1994, 15(8):32-34.
- 李全丰. 中国玉米猪有效营养成分预测方程的构建[D]. 博士学位论文. 北京: 中国农业大学, 2014.
- 李仲玉,徐良梅,王洪亮. PARR6300 氧弹量热仪[J]. 2009, (9): 28-30. 娄瑞颖,刘国华,张玉萍,等. 玉米理化品质及其鸡代谢能的变异研
 - 究[J]. 饲料工业, 2011, 32(16):34-38.
- 孙坤瑜,周丽娟.自动氧弹热量计热值误差测量的不确定度评定[J].中国计量,2009,(07):95-96,102.
- 赵丽娜, 刘春玲, 姜大雨. 三种主食热量的测定—燃烧热测定实验的应用[J]. 广州化工, 2013, 41(16): 132-134, 201.
- HillJ. O. A New Approach for Isothermal Calorimetric Technique[J].

 Journal ofThermal Analysis, Vol. 42 (1994) 607-621

- Hojjati H. and S. Rohani. A New Approach for Isothermal Calorimetric

 Technique. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 95

 (2009) 1, 293–303.
- INTERNATIONALSTANDARD, ISO 9831: 1998(E). Animal feeding stuffs, animal products, and faeces or urine —Determination of grosscalorific value Bomb calorimeter method. First edition, 1998-08-01
- Sibbald I R, Morse P M. Variation among gross energy values measured by two modes of adiabatic oxygen bomb calorimetry[J]. Poultry Science, 1982, 61(5):994-997.
- WnetrzakR, D. J. M. Hayes L. S. Jensen et al. Determination of the Higher Heating Value of Pig Manure[J]. Waste Biomass Valor (2015) 6:327–333.