

粉碎粒度对氧弹式量热法测定 全混合日粮总能的影响

蔡阿敏 李鹏涛 范逸婷 李改英 高腾云*

(河南农业大学牧医工程学院,郑州 450046)

摘要: 本试验旨在比较粉碎粒度对氧弹式量热法测定全混合日粮(TMR)总能的影响。试验选取奶牛 TMR 样品 15 个,分别粉碎至 18、40、60、100 目,采用氧弹式量热仪分别测定各样品的总能,同时采用国标法测定样品的干物质、粗脂肪、粗灰分、粗纤维含量,参照 NY/T 34—2004 方法计算总能,比较不同粉碎粒度的 TMR 样品所测得的总能的差异,确定采用氧弹式量热法测定 TMR 总能时最适的粉碎粒度。结果显示:18、40 目粉碎组的总能较低,极显著低于 60、100 目粉碎组及国标法计算所得总能($P<0.01$);60、100 目粉碎组的总能较高,与国标法计算所得总能接近,无显著差异($P>0.05$);18 和 40 目粉碎组的相对平均偏差高于 60 和 100 目粉碎组。上述结果表明,对 TMR 进行 60 或 100 目粉碎时,采用氧弹式量热法测定的总能更为准确,精确度更高,与国标法计算所得总能可互为替代;综合分析认为,采用氧弹式量热法测定奶牛 TMR 总能时,粉碎至 60 目即可满足测定需要。

关键词: 全混合日粮;粉碎粒度;氧弹式量热仪;总能

中图分类号: S816;O642

文献标识码: A

文章编号: 1006-267X(2019)09-4194-06

有机物完全氧化时所释放出的热量,称为该物质的燃烧热,也称为总能。目前,在测定全混合日粮(TMR)总能时,采用较多的是量热法。氧弹式量热法作为一种测定热值的方法,广泛应用于食品、煤炭、医药等领域^[1-4]。氧弹式量热仪的弹筒充氧压力、样品重量、外部温度的稳定、试样粒径大小等^[5-6],均会影响氧弹式量热仪测定总能的准确性。在采用量热法测定 TMR 总能时,样品的粉碎程度可能会影响样品的燃烧程度及反应速度,进而决定测定结果的准确性。

一般粉碎粒度用来衡量样品的粉碎程度,通常饲料样品粉碎粒度在 20~60 目,这样可以使饲料样品得以混合均匀并提高样品的溶解性^[7]。采用我国国标法测定常规营养成分时通常规定样品的粉碎粒度为 40 目。粉碎粒度的增大工作量增

加,粉碎粒度不够又可能导致试样在弹筒内燃烧不充分,从而影响测定结果的准确性,因此选择合适的粉碎粒度,可在保证测定结果的基础上节约时间。利用氧弹式量热法测定 TMR 的总能时,样品的最佳粉碎粒度是多少尚未见相关报道。本试验拟比较 TMR 粉碎粒度分别为 18、40、60、100 目时采用氧弹式量热法所测总能的差异,并与国标法计算所得总能比较,以期为氧弹式量热法准确测定 TMR 总能时选择最佳的粉碎粒度提供参考,同时针对测定过程中的问题及解决方法进行论述。

1 材料与方法

1.1 试验材料、仪器与试剂

试验样品为奶牛 TMR,样本数 15 个,采自河

收稿日期:2019-03-06

基金项目:现代奶牛产业技术体系建设专项资金(CARS-36);中南地区奶牛粪尿及特性产生系数和主要水污染源普查项目(30900292)

作者简介:蔡阿敏(1992—),女,河南永城人,硕士研究生,研究方向为动物营养与饲料科学。E-mail: 546341793@qq.com

* 通信作者:高腾云,教授,博士生导师,E-mail: dairycow@163.com

南省南阳市三色鸽乳业有限公司。

试验仪器:微机全自量热仪(ZDHW-8000,鹤壁华诺电子科技有限公司)、植物粉碎机(FZ102,天津泰斯特仪器有限公司)、高速万能粉碎机(FW-200,北京中兴伟业仪器有限公司)。

总能测定所用试剂:高纯氧,纯度 $\geq 99.999\%$,河南源正科技发展有限公司。粗蛋白质含量测定所用试剂:硫酸(H_2SO_4),优级纯,洛阳吴华试剂有限公司;盐酸(HCl),优级纯,洛阳吴华试剂有限公司;氢氧化钠(NaOH),分析纯,上海沪试化工有限公司;催化剂片,分析纯,北京金元兴科科技有限公司。粗脂肪含量测定所用试剂:石油醚,分析纯,天津市富宇精细化工有限公司。粗纤维含量测定所用试剂:硫酸,优级纯,洛阳吴华试剂有限公司;氢氧化钠,分析纯,上海沪试化工有限公司;滤袋,F57,ANKOM公司。

1.2 样品制备

将 TMR 样品于 $65\text{ }^\circ\text{C}$ 烘箱(DHG-9246A,上海精宏实验设备有限公司)中烘 48 h,然后用植物型粉碎机及高速万能粉碎机粉碎,分别制成 18、40、60、100 目的 TMR 样品,并分别过 18、40、60、100 目网筛。

1.3 总能测定(氧弹式量热法)

取 $(1.000 \pm 0.100)\text{ g}$ 样品于 1 张擦镜纸($10\text{ mm} \times 15\text{ mm}$)上,将擦镜纸折为 2 层,完全包裹住样品,置于坩锅中,压实;将镍铬丝两端装入电极,并在中间系上棉线,棉线与试样接触;在弹杯中加入 10 mL 蒸馏水,小心将弹头装入弹杯,旋紧弹帽,充高纯氧 3.2 MPa,置于仪器中,待燃烧结束,读数。每个样品重复测 3 次。

1.4 总能计算(国标法)

分别参照 GB/T 6435—2014、GB/T 6433—2006、GB/T 6438—2007 测定样品的干物质、粗脂肪、粗灰分含量;采用滤袋法(A200i 纤维分析仪,ANKOM 公司)测定样品的粗纤维含量,使用全自动凯氏定氮仪(K9860,济南海能仪器有限公司)测定粗蛋白质含量。参照 NY/T 34—2004^[8]方法计算样品总能,公式如下:

$$\text{总能}(\text{MJ}/\text{kg}) = [23.93 \times \text{粗蛋白质}(\%) + 39.75 \times \text{粗脂肪}(\%) + 20.04 \times \text{粗纤维}(\%) + 16.88 \times \text{无氮浸出物}(\%)] \times 10/1\ 000。$$

式中无氮浸出物的计算公式^[9]如下:

$$\text{无氮浸出物}(\%) = 100 - [\text{水分}(\%) + \text{粗蛋白质}(\%) + \text{粗脂肪}(\%) + \text{粗纤维}(\%) + \text{粗灰分}(\%)] = \text{干物质}(\%) - [\text{粗蛋白质}(\%) + \text{粗脂肪}(\%) + \text{粗纤维}(\%) + \text{粗灰分}(\%)]。$$

1.5 数据分析

试验数据经 Excel 2016 整理和计算,SPSS 22.0 进行单因素方差分析。结果以平均值 \pm 标准差表示。

2 结果与分析

在采用氧弹式量热仪测定饲料总能时,通过观察弹杯中是否有未燃烧完全的黑色残渣,可判断燃烧是否完全。在测定过程中发现,粉碎粒度为 18、40 目时,同样的测定条件下,燃烧不完全,黑色残渣较多;粉碎粒度为 60、100 目时,弹杯中无残渣,燃烧较完全。

TMR 样品的实测营养水平与计算总能见表 1。

表 1 TMR 样品的实测营养水平与计算总能

Table 1 Measured nutrient levels and calculated GE of TMR samples

样品编号 Sample No.	粗纤维 CF	粗蛋白质 CP	干物质 DM	粗灰分 Ash	无氮浸出物 NFE	总能 GE/(MJ/kg)
1	15.95	15.85	91.11	9.36	45.74	16.39
2	17.86	16.15	95.24	9.63	44.77	17.71
3	16.74	16.76	94.53	9.29	44.40	17.78
4	15.65	17.28	91.58	8.59	44.16	17.07
5	18.10	15.89	91.03	9.54	43.72	16.24
6	14.09	16.64	92.02	8.64	46.68	17.06

续表 1

样品编号 Sample No.	粗纤维 CF	粗蛋白质 CP	干物质 DM	粗灰分 Ash	无氮浸出物 NFE	总能 GE/(MJ/kg)
7	15.11	16.71	91.57	8.55	44.31	17.24
8	15.41	15.94	89.59	8.78	43.39	16.64
9	14.53	15.94	91.05	9.94	44.50	16.68
10	15.94	16.07	87.79	8.24	40.23	16.74
11	19.36	16.05	91.01	8.76	42.66	16.58
12	12.38	15.89	90.78	11.12	44.32	16.58
13	17.49	14.32	90.65	8.02	46.34	16.54
14	14.35	15.40	91.11	8.69	48.52	16.40
15	14.62	16.74	92.89	10.23	46.31	17.07

从表 2 可以看出,18、40 目粉碎组总能较低,显著低于国标法计算所得总能($P<0.05$)。60、100 目粉碎组的总能较高,与国标法计算所得总能接近,无显著差异($P>0.05$)。上述结果表明,采用氧

弹式量热法测定 TMR 总能时,粉碎粒度为 60 或 100 目时所测得的总能更为准确,与国标法计算所得总能无显著差异。

表 2 不同粉碎粒度下氧弹式量热法与国标法所得总能的比较

Table 2 Comparison of oxygen bomb calorimetry and national standard method for measuring/calculating GE under different grinding particle sizes

样品编号 Sample No.	氧弹式测热法 Oxygen bomb calorimetry				国标法 National standard method
	18 目粉碎组 18 mesh grinding group	40 目粉碎组 40 mesh grinding group	60 目粉碎组 60 mesh grinding group	100 目粉碎组 100 mesh pulverized group	
1	16.64	15.83	16.98	17.06	16.39
2	15.72	16.38	17.20	16.67	17.71
3	16.51	16.92	17.39	17.28	17.78
4	15.75	16.36	17.10	16.31	17.07
5	16.70	16.36	16.91	16.90	16.24
6	15.46	16.50	16.91	16.91	17.06
7	14.99	16.55	17.05	17.02	17.24
8	15.79	16.50	16.71	16.66	16.64
9	16.82	15.86	16.78	16.78	16.68
10	14.47	16.15	16.74	16.80	16.74
11	14.85	16.06	17.18	17.25	16.58
12	16.86	15.98	16.99	17.12	16.58
13	16.90	16.04	16.95	16.92	16.54
14	16.51	15.43	17.05	16.77	16.40
15	16.51	16.68	17.49	17.04	17.07
平均值 Average value	16.03±0.80 ^{Bb}	16.24±0.38 ^{Bb}	17.03±0.22 ^{Aa}	16.95±0.19 ^{Aa}	16.85±0.46 ^{Aa}

对于平均值,同行数据肩标相同字母表示差异不显著($P>0.05$),不同小写字母表示差异显著($P<0.05$),不同大写字母表示差异极显著($P<0.01$)。

In the same row, values for average values with same letter mean no significant difference ($P>0.05$), while with different small letter superscripts mean significant difference ($P<0.05$), and with different capital letter superscripts mean significant difference ($P<0.01$).

从表 3 可以看出,18 和 40 目粉碎组的相对平均偏差均高于 60 和 100 目粉碎组,表明 TMR 样

品粉碎至 60 目以上时,采用氧弹式量热法测定的总能平行性较好,精密度更佳。

表 3 不同粉碎粒度下氧弹式量热法测定 GE 的相对平均偏差

Table 3 Relative average deviation of GE measured by oxygen bomb calorimetry at different grinding particle sizes

样品编号 Sample No.	18 目粉碎组	40 目粉碎组	60 目粉碎组	100 目粉碎组	%
	18 mesh grinding group	40 mesh grinding group	60 mesh grinding group	100 mesh pulverized group	
1	1.61	2.95	0.78	0.30	
2	1.06	1.13	0.14	0.26	
3	1.45	2.43	0.11	0.49	
4	4.11	2.95	1.19	0.33	
5	3.58	2.91	0.19	0.21	
6	2.05	0.69	0.01	0.19	
7	1.35	2.05	0.26	0.08	
8	2.13	0.78	0.26	0.23	
9	2.03	5.37	0.89	0.27	
10	2.14	2.57	0.23	0.02	
11	2.49	5.97	0.02	0.44	
12	1.97	2.37	0.34	0.24	
13	4.99	0.41	0.03	0.30	
14	1.19	2.62	0.52	0.29	
15	2.00	0.88	0.17	0.28	

3 讨论

采用国标法计算饲料的总能时,需测定饲料的粗纤维、粗脂肪、粗蛋白质、粗灰分含量等营养水平,过程复杂,耗费时间长,而采用氧弹式量热法测定饲料的总能则较为简单快速。氧弹式量热法测定总能所用设备为氧弹式量热仪,其原理是利用通电点燃弹筒中的试样,试样燃烧产生的热,由弹筒壁传导给内筒水,根据水温的上升和量热系统的热容量,计算出试样的发热量,即为总能。因此,试样是否完全燃烧决定了测定的发热量的准确性。在本试验中,对 TMR 样品分别进行 18、40、60、100 目粉碎处理,测定其总能。结果表明,18、40 目粉碎组测定的总能偏低,这可能是由于样品粉碎粒度不够,氧弹杯中有黑色残渣,燃烧不充分,导致发热量偏低。李仲玉等^[10]指出,在 PARR 6300 氧弹量热仪使用过程中,试样需制成约 60 目粒径或稍小并压成片状时燃烧最好,粒径过大时易燃烧不充分,与本试验研究结果一致。样品的粉碎粒度会影响其营养成分的测定。周根来等^[11]

对不同粉碎粒度对苜蓿草粉营养成分影响的研究显示,随着粉碎粒度的降低(粉碎粒度:0.425、0.250、0.180 mm),干物质、粗蛋白质、粗脂肪、粗灰分含量极显著提高。张愉佳等^[12]对大豆粉碎粒度对粗脂肪含量影响的研究显示,大豆粉碎粒度越小,粗脂肪含量测定结果越偏高。钱文熙^[13]研究表明,不同粉碎粒度对饲料常规营养成分有一定影响,在测定粗蛋白质、粗脂肪含量时,饲料样品经过粉碎通过 0.45(40 目)或 0.25 mm(60 目)的分析筛后,结果更为准确,测定粗纤维含量时饲料样品以通过 1.00 mm(18 目)分析筛为最好。任慧玲等^[14]研究了不同粉碎粒度对饲料游离棉酚含量测定结果的影响,结果显示,粉碎过 1.4 mm 孔筛样品测得的游离棉酚含量要极显著高于过 2.8 mm 孔筛样品。本试验中,60、100 目粉碎组测定的总能较高,氧弹杯中无黑色残渣,且与国标法计算所得总能无显著差异,表明在采用氧弹式量热法测定 TMR 的总能时,样品粉碎 60 目及以上时,更为准确。然而,粉碎粒度越细,耗费时间越长,因此在采用氧弹式量热法测定 TMR 总能时,

粉碎至 60 目即可满足测定需要。

通常,在测定样品中某成分时,会对同一样品进行多次平行测定,几次测定的结果相近程度代表该方法的精确度,实际工作中,常用相对平均偏差表示测定结果的精确度,即测定结果的重复性^[15]。本试验中,18、40、60、100 目粉碎组的相对平均偏差分别为 1.06%~4.99%、0.41%~5.97%、0.01%~1.19%、0.02%~1.24%。与 18 和 40 目粉碎组相比,60 和 100 目粉碎组的相对平均偏差较小,精确度较高,测定结果的平行性更好。

4 结 论

在采用氧弹式量热法测定 TMR 的总能时,测定结果受粉碎粒度的影响;在本试验条件下,TMR 粉碎粒度为 60 目时最佳,既可满足测定结果准确度的要求,又可相对节省粉碎时间。

参考文献:

- [1] 孙国祥,豆小文,李利锋.紫外和红外光谱指纹谱与燃烧热谱联合定量评价人参归脾丸质量[J].中兽药,2012,10(7):543-548.
- [2] 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.
- [3] 蔡艳萍,高锦红.抗菌类药物的热值测定[J].湖北农业科学,2017,56(8):1547-1549.
- [4] 冯然军,粟智.几种食用植物油发热量的测定[J].光谱实验室,2013,30(6):3322-3325.
- [5] 马艳,谭卫红,沈娟章,等.新型氧弹量热仪测定谷物的热值[J].生命科学仪器,2013,11(3):42-44.
- [6] 梁伟.氧弹量热仪的检定及使用中常见的误差原因及处理方法[J].现代测量与实验室管理,2016,24(2):20-22,65.
- [7] 韩文军.浅谈饲料样品的制备及样品的保存[J].新疆畜牧业,2013(3):42-43.
- [8] 中华人民共和国农业部.NY/T 34—2004 奶牛饲养标准[S].北京:中国农业出版社,2004.
- [9] 王洪荣.饲料检测与分析实验技术[M].南京:东南大学出版社,2014:97-98.
- [10] 李仲玉,徐良梅,王洪亮.PARR 6300 氧弹量热仪故障排除及使用中应注意的问题[J].饲料博览,2009(9):28-30.
- [11] 周根来,殷洁鑫,张蕾,等.苜蓿的来源及粉碎粒度对其草粉营养成分的影响[J].粮食与饲料工业,2018(5):43-45,52.
- [12] 张愉佳,张伟,佟庆龙.进口大豆粉碎细度对索氏抽提法测粗脂肪含量的影响[J].粮食储藏,2017,46(1):52-53.
- [13] 钱文熙.不同粉碎细度对饲料常规营养成分分析结果的影响[J].畜牧与饲料科学,2010,31(1):28-30.
- [14] 任慧玲,李永刚,张志娟.不同粉碎粒度对饲料游离棉酚测定结果的影响[J].粮食与饲料工业,2016(5):69-70.
- [15] 刘庆华,聂芙蓉,毛秋月.粉碎粒度对 CP 测定结果影响的研究[J].郑州牧业工程高等专科学校学报,2007,27(2):11-13.

Effects of Grinding Particle Size on Gross Energy of Total Mixed Ration Measured by Oxygen Bomb Calorimetry

CAI Amin LI Pengtao FAN Yiting LI Gaiying GAO Tengyun*

(College of Animal Science and Veterinary Medicine, Henan Agricultural University, Zhengzhou 450046, China)

Abstract: This experiment was to study the effect of grinding particle size on gross energy (GE) of total mixed ration (TMR) measured by oxygen bomb calorimetry. Fifteen samples of total mixed ration (TMR) for dairy cow were selected and pulverized to 18, 40, 60 and 100 mesh, respectively. The GE of each sample was determined by oxygen bomb calorimeter, the contents of nutrients such as dry matter (DM), crude fat (EE), ash (Ash) and crude fiber (CF) were determined by national standard method, and the GE was calculated reference to the NY/T 34—2004 method, to compare the difference in GE with different degrees of comminution and to determine the optimum grinding particle size for the determination of GE of TMR by the oxygen bomb calorimetry. The results showed that the GE of the 18 and 40 mesh grinding groups was lower, which was significantly lower than that of the 60, 100 mesh grinding groups and the GE calculated by national standard method ($P < 0.01$); the GE of 60 and 100 mesh grinding groups was higher, compared with the GE calculated by the national standard method, there was no significant difference ($P > 0.05$); the relative average deviation of the 18 and 40 mesh grinding groups was higher than that of the 60 and 100 mesh grinding groups. It is shown that when the measured TMR is subjected to 60 or 100 mesh pulverization, the GE measured by oxygen bomb calorimetry is more accurate and has higher precision, and GE which is calculated by the national standard method can be substituted for each other. Comprehensive analysis reveals that the TMR for dairy cow is pulverized to 60 mesh can meet the need of GE determination by oxygen bomb calorimetry. [*Chinese Journal of Animal Nutrition*, 2019, 31(9):4194-4199]

Key words: TMR; grinding particle size; oxygen bomb calorimeter; gross energy