

## 抽样与分析方法

### 抽样与分析方法

#### 抽样

抽样方案应当符合科学公认的原则和流程。

#### 分析

应当使用科学界个人的原则和流程制定和验证实验室方法<sup>15</sup>。在选择方法时，还应当考虑到实际的可行性，应当参照日常使用中可靠且可行的方法。应当对饲料和饲料组分进行常规的实验室分析，保证具有所使用方法的分析能力并保持适当的记录。<sup>16</sup>

---

来源：良好动物饲养规范法典（CAC/RCP 54-2004）。



## 前言

确定抽样程序设计和执行的重要因素包括样品大小、组分的多样性、实验精确度、检验成本以及饲料组分的价值。因此，在确定抽样程序时需要考虑取样的目的、对样本的实验分析以及组分与成品的特征。

抽样方案应当符合科学公认的原则和程序。应按照科学公认的原则开发实验室方法，并进行验证。

抽样程序取决于原材料、半成品和成品、运输和取样设备的性质。应预先了解产品数据和抽样资源，然后选择适当的抽样程序。

采用国际认可的抽样方法可保证标准化的管理和技术方法，并方便解释各批次或交付物的分析结果。

## 抽样准则

如果要制定将采用的抽样程序，应明确抽样要达到的目标和目的。以下是一些需要考虑的目标例子：

- 交付物的接受接受性；
- 交付批次的测试；
- 原料控制；
- 半成品控制；
- 成品控制；
- 不合格品的发布；
- 留样获取；
- 法律纠纷；
- 实验室间试验；
- 分析方法验证；
- 控制措施验证；

抽样应在一个良好的区域中进行，以避免抽样中存在的困难，降低污染和交叉污染的风险，同时能使实验室分析正确执行，还应为抽样者和环境提供必要的安全和健康预防措施。

负责抽样活动的人员应按照适用的程序进行培训，并对抽样产品、抽样过程中所用工具、抽样环境的适合性和清洁程度以及防止样品收到污染或变质的样品储存容器等具备必要的知识。

## 抽样过程和设备

执行抽样程序，需要提供下列合适的工具和材料：

- 开口的袋、包、桶、圆桶、储存箱、货车等；
- 可反复开合的容器；
- 样品已经移除的标贴；
- 样品的储存、保留和保藏；
- 储存和留样容器贴标；
- 进行化学和微生物分析需要的抽样预防措施。

所有的工具和辅助材料均应是惰性的，使用前后需要进行清洁。同样在抽样前因考虑对抽样容器进行清洁。

饲料工业使用组合工具收集样品。卡车散装运货或铁路运输的谷物或豆粕的样本采集通常使用手持式采样管。如果需要采集谷物的不同部位，可以将散装容器分层采集多个样品。槽式穿刺谷物采样器可以从谷物、豆粕或成品饲料中抽取有代表性的样品。穿刺杆必需足够长，至少应插到饲料的深处。官方谷物样本的抽取使用直径为 4.13cm 的穿刺杆，穿刺杆有两个管组成，其中一个套在另外一个管中。内管被间隔成若干段，这样每段收集不同深度的样品，从而检查货仓内不同深度的谷物质量的均匀性。在谷物由运输车辆转移到谷仓之前，需要将内管中取得的样品放在油布或槽中进行检查，所以该过程劳动强度较大。敞开式谷物取样杆内管没有隔开，可以用于包括谷物在内的饲料样品采集。采样器的样本从操作端到处，样品到处后会混合在一起，因此难以很好地目测不同深度样品间的差异。敞开式螺旋取样杆内管槽盖的设计是旋转打开的，通过旋转先打开内管槽的底部，依次旋开至顶部。这种取样器能够确保均匀取样，代表性强。

但是如果不能正确使用，由这种取样杆得到的样品反而更不理想，当内管的旋转方向相反时，得到的样品大部分来自于杆的顶部。穿刺杆以与垂直面  $10^\circ$  角方向插入谷物或饲料组分中，槽面向上且完全封闭。使用  $10^\circ$  斜角是为了形成一个采样的截面。在穿刺杆插入过程中，内管槽必需始终处于闭合状态，直到穿刺槽的末端深入到它要到达的位置。如果在穿刺杆插入谷物是打

开的，那么管槽会在顶部时就被饲料填满。在取样杆完全插入后，应打开槽口，迅速上下提插几次。完全关闭槽口，抓住外管提出取样杆。

采用鹤鹑式谷物取样器在流水线上抽样。这种取样器是一个皮革袋，大约 0.46m 长，沿边缘有铁镶边使得袋子呈打开状态。袋子与一长竿相连。鹤鹑式谷物抽样器是在向下流动的谷物中摆动或拉动袋子来取样。在货车卸货时用鹤鹑式谷物取样器对谷物、豆粕或者全价料取样非常方便。

袋装运输的基础混合料、预混合料以及加药饲料应采用口袋穿刺取样器取样。楔形料袋取样器适用于采集封口袋装粉料或颗粒料。双管料袋取样器由不锈钢或镀铬铜材制成，长度和直径不一，有末端封闭和开口两种形式，可以用于采集封口或未封口袋装粉料和颗粒料。单管、末端开口的料袋取样器由不锈钢制成，蛋需要从未封口的袋中采集干粉料样品，并需要将粒状杂质剔除时可以使用这种取样器。

脂肪、糖蜜等桶装或圆筒装液体饲料组分的取样可以使用玻璃或不锈钢制取样器。散装运输

的液体饲料组分可以使用鼓式取样器。在所有情况下，取样前都应该将液体饲料组分进行搅拌以确保组分分布均匀。

草料样品应含有大量的物料。抽样方案和样品制备因原料不同（干粗饲料、青贮料、青草、粉碎草料或田间草料）而有所差异。应该采用圆形采样器从至少 20 个不同部位采集样品。如果没有圆形采样器，可以手动采样。抽样过程中应尽量避免叶片损失。

青贮料样品采集应在青贮窖口开口面取出 0.15m 深、0.30m 宽的柱状青贮料。青贮料应混合并置于塑料袋中，密封隔绝空气。

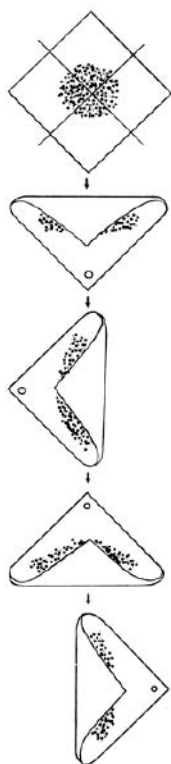
由于土壤肥力和湿度变化较大，牧草和饲料作物的取样较为困难，因此应谨慎操作。取样时应随机选取 8—10 取样点，在每个取样点按放牧高度取 0.1 平方米的草料。将各点样品混合均匀，从中取 1kg 的工作样品。待测青草样品应立即干燥，防止发生化学变化。

水样可直接从池塘、湖泊、水槽或其他地方收集到干净的样本容器中。取样方法是将容器的瓶颈浸入水面以下 0.3m 深处进行取样，然后提起瓶嘴使水样装满容器。水样应在水泵工作一定时间以后（2—4 分钟）采集，以确保所取水样不是管中滞留的水。当水样需要进行细菌检验时，所取水样要盛放在灭菌容器中。散装成品饲料可以从运输车中取样。对于在运输过程中搅拌均匀的牛饲料，可以从饲槽中取样。任何原料不均匀的信息，包括晶体、颗粒状或粉状固体、表层脆弱的受潮物质、液体产品中固体沉积或沉淀等微粒物质在形状、大小或颜色上的不同，都应在取样期间检测出来。原料中不均匀的部分需要个别地进行取样，并且不应进行混合，因为这可能会掩盖质量问题。

### 样本缩减

样本缩减是指通过四分法使样本缩减到一个适宜的分析量。混合而成的样本在干净的塑料或纸上展开形成均匀的一层。在纸上分成四等份，对角的两份弃去而剩下两份再混合。不断重复该步骤直至对角的两份达到所需样本量为止。最终获得 0.5 到 1kg 的工作样本量。

图 3 手工四分法



来源: Compendio Brasileiro de Alimentação Animal, 2005, SINDIRACOE5

全料饲料和饲料组分可以用分样器分为均匀的二级样本。分样时将样品倒入漏斗，样品通过两个斜槽以不同的方向流入两个盘子，分为均匀的两等分。

对于干的饲料组分和成品饲料来说，厚塑料袋、拉链式封口袋、塑料包或塑料盒都是理想的容器。样本存储容器应当依照贮藏条件的要求做到保护样本避光、密封、防潮。

### 抽样频率和留样

除少数情况外，所有运到的饲料组分都应进行采样，并检查核实种类、表观纯度，并与参考样品进行比较。抽样程序应包括检查运输工具的书面报告以确保所运原料正确无误，并检查饲料组分的接收文档，其中可能包含一份分析证明。在接收散装原料时，检查运输文档确认饲料厂、供货商和运货人的名称。一份记录原材料的验收单据的收货报告将增加抽样程序。这份报告中应包括日期、原材料的标识、供应商名称、运输商名称、提货单、订购单、发票号、收货时间、重量、放置饲料组分的贮存箱号码、供应商分析报告编码、货物验收时核准的感观和物理特性以及负责收货检查人员的签名。

样本应保留至全价料被动物消费或过保质期为止。商用饲料生产商应采集并保留每种产品每一生产批次的样品。加药饲料的取样和评价必须符合法规要求。

### 原料和成品的抽样方案

在依照某一标准或目的对饲料进行检测时，采用国际通用抽样方法可确保抽样程序正确有效。《抽样通则法典——CAC/GL 50-2004 (FAO/WHO, 2004)》提供的信息可促进这些目标的实现（插图 21）。

现在有多种抽样方案可用，但是没有一种可确保每一个项目大体与所研究的参数相一致。尽管如此，这些抽样方案对于保证达到各方可接受的质量水平还是有用的。

一项抽样程序应根据应检验和分类的批次规定条件。这些条件包括检查程序（正常、严格或从宽检查）、转换程序（正常到严格、严格到正

常以及正常到从宽）、检查水平（I、II 和 III，S-1、S-2、S-3、S-4）、允许质量指标（AQLs）、从该批次中随机抽取的项目数以及包含样本数、接受数以及退回数。

## 插文21

### 选择抽样方案的建议

以下列举了用户选择合适抽样方案时应解决的要点:

1. 是否有待抽样产品的国际参考文献。
2. 控制属性
  - 适用于该批
  - 次的每一单独项目的特性;
  - 适用于全批次的特性 (统计学方法)。
3. 控制特性
  - 质量性状 (用合格/不合格或者类似方法衡量, 比如病原微生物是否存在)
  - 数量性状 (用连续的数值范围来衡量, 比如某一种组分的特性)
4. 质量水平的选择 (AQL 或 LQ)
  - 依照操作手册中的原则和风险类型分为: 严重、不严重、不合格
5. 产品属性
  - 散装或预包装的商品
  - 大小、同质性和分布情况;
  - 控制
6. 样本的组成
  - 单次抽样单元构成的样本;
  - 多次抽样单元组成的样本 (包括混合样本)。
7. 抽样方案类型的选择
  - 来料验收抽样方案的质量控制;
    - 用于控制性状平均值
    - 用于控制批次中不合格项目百分比
    - 确定并列举样品中不符合项目 (计数方案)
    - 用代数方程的方法比较样本中相关项目的平均值 (变量方案)

来源: 抽样通则——CAC/GL 50-2004 (FAO/WHO, 2004)

如果《抽样通则法典——CAC/GL 50-2004 (FAO/WHO, 2004)》无法解决控制条件, 有多种 ISO 标准可以使用。提供的标准有:

**ISO 2854:1976:** 数据的统计处理和解释正态分布均值和方差的估计与检验方法

**ISO 2859-1:1999:** 计数抽样检验程序——第 1 部分: 按接收质量限 (AQL) 检索的逐批检验抽样计划

**ISO 2859-2:1985:** 计数抽样检验程序——第 2 部分: 按极限质量 (LQ) 检索的孤立批检验抽样方案

**ISO 2859-3:2005:** 计数抽样检验程序——第 3 部分: 跳批抽样程序

**ISO 2859-4:2002:** 计数抽样检验程序——第 4 部分: 声称质量水平的评定程序

**ISO 2859-5:2005:** 计量抽样检验程序——第 5 部分: 按接收质量限 (AQL) 检索的计量检验连续抽样计划

**ISO 2859-10:2006:** 计数抽样检验程序——第 10 部分: 计数抽样检验系列标准导则 ISO2859 简介

**ISO 3494:1976:** 数据的统计分析——有关平均数和方差数的检验的功效

**ISO 3951-1:2005:** 计量检验的抽样程序——第 1 部分: 按接收质量限 (AQL) 检索的单一质量特性和单一 AQL 的逐批检验一次抽样计划的规范

**ISO 3951-2:2006:** 计量检验的抽样程序——第 2 部分: 按接收质量限 (aql) 检索的逐批检验独立质量特征的一次性抽样计划总规范

**ISO 3951-3:2007:** 计量抽样检验程序——第 3 部分: 按接收质量限 (AQL) 检索的逐批检验的双重抽样计划

**ISO/WD:3951-4:** 计量抽样检验程序——第 4 部分: 对均值的声称质量水平的评定程序

**ISO 3951-5:2006:** 计量抽样检验程序——第 5 部分: 按接收质量限 (AQL) 检索的计量检验连续抽样计划 (已知标准偏差)

**ISO 5725-1:1994:** 测试方法与结果的准确度 (正确度与精密度) 第 1 部分: 基本原理与定义

**ISO 7002:1986:** 农产食品——批量取样标准方法的测定

**ISO 8422:2006:** 计数检验的序贯抽样方案

**ISO 8423:1991:** 不合格品率的计量检验序贯抽样方案 (适用于标准差已知的情形)

**ISO/TR 8550-1:2007:** 不连续性项目批量检验用验收取

- 样系统选择和使用指南——第 1 部分：验收取样
- ISO/TR 8550-2:2007: 不连续性项目批量检验用验收取样系统的选择和使用指南——第 2 部分：计数取样
- ISO/TR 8550-3:2007: 不连续性项目批量检验用验收取样系统选择和使用指南——第 3 部分：变量取样
- ISO 10725:2000: 散料验收抽样检验程序和抽样方案
- ISO 11648-1:2003: 散装物料取样的统计方法——第 1 部分：一般原则
- ISO 11648-2:2001: 散装物料取样的统计方法——第 2 部分：颗粒料取样
- ISO 14560:2004: 按属性验收取样规程。每百万不合格产品中规定的质量等级

插文22

方法的选择

- 应该优先选择已经应用于目标分析物的方法，而不是那些应用于其他目标产品或明显没有在真实样品中测试过的方法。
- 应该优先选择发表实验室间验证的方法，而不是那些尚未经过实验室间验证的方法。
- 应该优先选择对目标分析物浓度范围内经过试验和验证的方法，而不是在其他浓度下试验的方法。在一个水平下表现相当好的方法在较低水平时可能完全不合适。
- 应该选择广泛使用的方法，而不是使用较少的方法。
- 应该选择简易、低成本或快速的方法，而不是复杂、成本较高、或费时的方法。
- 应该优先选择在不同实验室进行合作研究上建立了可靠性的方法。
- 应该优先选择相关国际组织已经推荐或采用的方法。
- 应该优先选择对不同物质都适用的分析方法，而不是那些只用于单一物质的方法。

来源：Garfield, F.M. 分析实验室的质量保证原则, 1994。

分析

分析方法

饲料成分的知识对决定家畜的营养设备、生产均衡的复合饲料、控制生产过程和管理产品最终质量极其重要。在选择最为合适的方法时，要考虑到准确性、精确性、专一性、灵敏度、可靠性以及可操作性。此外，选择合适的方法还必须考虑其他属性。依据其目的和管理规范，分析方法可分为 (Garfield, 1994):

- 官方方法
- 参考方法
- 筛分或快速方法
- 常规方法
- 自动方法
- 改良方法

官方方法是法律规章规定的方法，用于政府机构进行监管分析或用于政府机构监管的行业。

参考方法是由组织机构或团体开发，通过合作研究验证过的方法。

筛分或快速法作为应急方法，用于在大量样本中判定其中是否有需要使用更为精确的方法来进一步测试的样本。

常规方法用于常规分析，在大量样本需要进行测试时可以作为官方方法、或成为标准方法、或改良成更方便的方法。

自动法应用自动仪器设备，可以作为官方或者筛选方法。改良法通常是经过简化改良的，可以排除干扰物质或可应用于不同类型的样本的官方或者标准方法。

实验室质量保证计划

实验室的一个主要目标是针对预定目的，通过精确、可靠以及恰当的分析手段得到高质量的分析数据。该目标可通过实施已确立的质量保证计划来实现，以确保分析能力，并保持正确的记录。质量保证计划要求实施的要素有：管理质量政策文件、计划目标、样本和记录的控制、设备保养、方法评价、测量原则、培训、方法选择、实验室内和实验室之间的测试、参考标准、现场

和实验室抽样、统计考虑、审核、纠正措施、计划修订与更新。

在公认质量标准下进行实验室操作应寻求独立的质量保证协议认可，最好能确认其分析资质和可靠性。可以使用《ISO/IEC 17025——检测和校准实验室能力的一般要求》等质量标准，并由认证机构对实验室达标进行评估。

参考文献

**FAMI-QS.** 2007. EU Guide to Good Practice for Feed Additives and Premixtures Operators, Version 2, 17 January 2007;

**FAO.** 2004. Assessing Quality and Safety of Animal Feeds; **FAO/WHO.** 2004. The Codex General Guidelines on Sampling – CAC/GL 50-2004;

**FAO/WHO.** 2006. Guidelines for Food Import Control Systems;

**Garfield, F.M.** 1994. Quality Assurance Principles for Analytical Laboratories;

**ISO/IEC 17025:2005.** General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Equipment;

**SINDIRAÇÕES.** 2005. Compendio Brasileiro de Alimentação Animal. Guia de Métodos Analíticos, pages 5–9.

表 4. 关于抽样与分析的建议
在确定抽样程序时，应考虑抽样目的、样本要进行的实验室分析以及饲料组分和成品的特性。
如果要制定将采用的抽样程序，应明确抽样要达到的目标和目的。
抽样应在一个良好的区域中进行，以避免抽样中存在的困难，降低污染和交叉污染的风险，同时能使实验室分析正确执行，还应为抽样者和环境提供必要的安全和健康预防措施。
负责抽样活动的人员应按照适用的程序进行培训。
所有的工具和辅助材料均应是惰性的，使用前后需要进行清洁。
原料中不均匀的部分需要个别地进行取样，并且不应进行混合，因为这可能会掩盖质量问题。
除少数情况外，所有运到的饲料组分都应进行采样，并检查核实种类、外观纯度，并与参考样品进行比较。
在依照某一标准或目的对饲料进行检测时，采用国际通用抽样方法可确保抽样程序有效。
一项抽样程序应根据应检验和分类的批次规定条件。
在选择最为合适的方法时，要考虑到准确性、精确性、专一性、灵敏度、可靠性及可操作性。
在公认质量标准下进行实验室操作应寻求独立的质量保证协议认可，最好能确认其分析资质和可靠性。