

饲料安全性检测与评价

杨曙明 编著

中国农业科学技术出版社

饲料安全性检测与评价

杨曙明 编著

中国农业科学技术出版社

图书在版编目（CIP）数据

饲料安全性检测与评价/杨曙明编著. —北京：中国农业科学技术出版社，2003.12
ISBN 7-80167-588-6

- I . 饲 …
- II . 杨 …
- III . 饲料—检验
- IV . S816.17

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2003）第 108789 号

责任编辑 沈银书
责任校对 马丽萍
装帧设计 孙宝林
出版发行 中国农业科学技术出版社
邮编：100081
电话：(010) 62121118; 68975144 传真：62189014
经 销 新华书店北京发行所
印 刷 北京科信印刷厂
开 本 787 mm×1 092 mm 1/16 印张：33.25
印 数 1~1 050 册 字数：800 千字
版 次 2005 年 5 月第 1 版 2005 年 5 月第 1 次印刷
定 价 100.00 元

前　言

饲料产品是整个养殖业和食物链中的重要一环。饲料是动物的食品，饲料安全不仅直接影响着动物的安全和产品质量，而且通过肉、蛋、奶等食物链影响人类的营养和健康。从这个角度来看，饲料安全即食品安全。

近年来国际上的多起食品安全危机，如英国的疯牛病、比利时的“二恶英”、我国香港及大陆的 β -兴奋剂中毒等事件，均是由于饲料中污染的致病因子（如肉骨粉中的朊蛋白）、剧毒物质（如饲用油脂中的二恶英）、违禁的药物添加剂（如盐酸克仑特罗，俗称瘦肉精）引起动物直接发病，或残留于畜禽产品中引起消费者中毒。目前，食品安全已经成为媒体和公众普遍关注的首要问题。食品安全已经不仅仅表现为经济问题，甚至成为政治问题，如比利时因“二恶英”事件就导致了政府的垮台。为此，我国和世界其他许多国家，特别是发达国家都相继出台了一系列关于加强饲料及食品安全管理的法律和法规，限制甚至禁止包括抗生素、激素以及转基因饲料的销售。我国是世界第二饲料生产大国，配合饲料年产量达6100万吨，在近十年间全国饲料产品质量有了显著提高。但随着世界经济一体化的进程与我国工业的发展，环境产生的污染问题日渐突出，畜产品中违禁药物屡禁不止。从饲料环节入手，从源头抓畜产品质量安全，是国际发展的趋势，对我国这样一个养殖量大、单位养殖规模小的国家，将能起到事半功倍的效果。

前 言

为了进一步贯彻落实国家有关饲料安全生产的法令、法规，需要认真做好饲料原料、饲料生产场地建设、饲料产品的生产、保存、运输、销售卫生安全的监管工作，以确保养殖业的安全生产与人民健康。鉴于目前我国现有的国家或行业标准尚不能满足实现饲料安全监管需要的现状，我们根据多年的科研工作和现有的材料，将 ISO、欧盟、美国等现有的标准、专业机构研制的检验方法、样品制备技术、检验工作中质量控制技术以及已通过全国饲料标准化专业技术委员会终审等待颁布的国家或行业标准检测方法与评价程序编辑汇总。同时，由于 ELISA、金标试纸等快速检测技术的应用越来越广泛，我们结合长期在快速检测技术方面的研究成果，增加了快速检测、饲料毒理试验方法、饲料安全评价程序三章，以供读者借鉴应用。

由于编著者水平有限，加上时间仓促，书中可能有不正确之处，敬请读者批评指正。

作 者

2005 年 1 月于北京

目 录

| | |
|--|------|
| 第一章 国外检测技术研究进展和趋势 | (1) |
| 第二章 样品采集、制备与方法选择 | (4) |
| 第一节 样品的采集 | (4) |
| 一、采样方法之一 | (4) |
| 二、采样方法之二 | (5) |
| 第二节 试样的制备 | (18) |
| 一、样品的减量 | (18) |
| 二、样品粉碎 | (19) |
| 三、酶的钝化 | (19) |
| 四、防止脂类氧化 | (20) |
| 五、微生物的生长和污染 | (20) |
| 第三节 检测方法的选择 | (20) |
| 一、方法的特点 | (20) |
| 二、方法的目的和应用范围 | (21) |
| 三、饲料的组成和特性 | (21) |
| 四、方法的有效性 | (21) |
| 五、公认的方法 | (22) |
| 第四节 分析方法性能评价和结果解释 | (24) |
| 一、欧盟的有关规定 | (24) |
| 二、饲料分析结果的测量不确定度 | (52) |
| 三、测量不确定度的提出与采用 | (53) |
| 四、饲料分析中测量不确定度的评定和表达 | (53) |
| 第三章 饲料中微生物及其毒素的检测 | (56) |
| 第一节 细菌 | (56) |
| 一、饲料中细菌总数的测定——微生物法 | (56) |
| 二、沙门氏菌的测定 | (60) |
| 三、食品和饲料中凝固酶阳性葡萄球菌(金黄色葡萄球菌和其他种) 的测定——平板法计数 | (75) |

目 录

| | |
|-----------------------------------|--------------|
| 四、食品和饲料中嗜温乳酸菌的测定——平板法计数 | (82) |
| 第二节 真菌及其毒素的分析 | (86) |
| 一、饲料中霉菌的测定——微生物法 | (86) |
| 二、黄曲霉毒素的测定 | (89) |
| 三、配合饲料中脱氧雪镰刀菌烯醇的测定——薄层色谱法 | (104) |
| 四、玉米、小麦、饲料中玉米烯酮的测定——酶联免疫吸附法 | (107) |
| 五、赭曲霉素 A 的测定 | (111) |
| 第四章 饲料中工业污染物的检测 | (125) |
| 第一节 重金属 | (125) |
| 一、铅的测定 | (125) |
| 二、镉的测定 | (131) |
| 三、铬的测定 | (133) |
| 第二节 其他有害元素 | (135) |
| 一、砷的测定 | (135) |
| 二、汞的测定 | (144) |
| 三、氟的测定 | (146) |
| 第三节 农药残留 | (149) |
| 一、饲料中除虫菊酯类农药残留量的测定——气相色谱法 | (149) |
| 二、饲料中氨基甲酸酯类农药残留量的测定——气相色谱法 | (152) |
| 三、饲料中六六六、滴滴涕含量的测定——气相色谱法 | (155) |
| 四、饲料中有机氯农药残留量的测定——气相色谱法 | (162) |
| 五、饲料中有机磷农药残留量的测定——气相色谱法 | (177) |
| 第四节 其他工业污染物 | (191) |
| 一、饲料中苯并(a)芘的测定——高效液相色谱法 | (191) |
| 二、饲料中多氯联苯的测定——气相色谱法 | (193) |
| 第五章 饲料和畜产品中违禁药物的检测 | (196) |
| 第一节 β-兴奋剂类药物 | (196) |
| 一、盐酸克仑特罗的测定 | (196) |
| 二、饲料中西吗特罗的测定 | (236) |
| 第二节 性激素类药物 | (239) |
| 一、饲料中雌二醇的测定——高效液相色谱法 | (239) |
| 二、饲料中氢化可的松的测定——高效液相色谱法 | (241) |
| 三、己烯雌酚(DES)的测定 | (243) |
| 第三节 精神类药物 | (251) |

| | |
|--|--------------|
| 一、饲料中地西洋的测定——高效液相色谱法 | (251) |
| 二、饲料中苯巴比妥的测定 | (253) |
| 第四节 其他违禁药物 | (257) |
| 一、呋喃唑酮的测定 | (257) |
| 二、饲料中氯霉素的测定 | (268) |
| 第六章 饲料中限量使用药物的检测 | (272) |
| 第一节 生物合成的抗生素 | (272) |
| 一、饲料中盐酸金霉素的测定 | (272) |
| 二、饲料中林可霉素的测定 | (273) |
| 第二节 化学合成的抗菌药物 | (278) |
| 一、饲料中磺胺二甲基嘧啶和磺胺间甲氧嘧啶的测定——高效液相色谱法 | (278) |
| 二、饲料中磺胺药物的测定 | (281) |
| 三、饲料中酒石酸噻嘧啶的测定——分光光度法 | (286) |
| 四、饲料中二甲硝咪唑的测定 | (289) |
| 五、饲料中卡巴氧的测定 | (292) |
| 六、饲料中磺胺二甲氧哒嗪的测定 | (303) |
| 七、饲料中磺酰胺类的测定 | (305) |
| 第三节 生物合成的抗寄生虫药物 | (306) |
| 一、饲料中拉沙洛西钠（拉沙里菌素）的测定 | (306) |
| 二、饲料中盐霉素的测定 | (314) |
| 第四节 化学合成的抗寄生虫药物 | (322) |
| 一、饲料中尼卡巴嗪的测定——高效液相色谱法 | (322) |
| 二、饲料中磺胺喹噁啉的测定——高效液相色谱法 | (323) |
| 三、饲料中盐酸氯苯胍的测定——高效液相色谱法 | (325) |
| 四、饲料中盐酸氨丙啉的测定——高效液相色谱法 | (327) |
| 五、饲料中丁氧喹啉（丁喹酯）的测定 | (329) |
| 六、饲料中吩噻嗪的测定 | (331) |
| 七、饲料中哌嗪的测定 | (331) |
| 八、饲料中噻苯咪唑的测定 | (332) |
| 第五节 其他药物 | (334) |
| 一、饲料中抗生素的测定 | (334) |
| 二、饲料中 2-氯-4-硝基苯酰胺的测定 | (339) |
| 三、饲料中对氨基苯甲酸的测定 | (340) |
| 四、饲料和预混合料中 4-羟基-3-硝基苯胂酸（硝酚胂酸）的测定 | (341) |

目 录

| | |
|---|--------------|
| 五、饲料中癸氧喹酯的测定 | (343) |
| 六、饲料中二月桂酸二丁锡酯的测定 | (344) |
| 七、饲料中 4-乙酰氨基-2-乙氧基苯甲酸甲酯的测定 | (345) |
| 第七章 快速检测 | (347) |
| 第一节 酶免疫方法 | (348) |
| 一、概述 | (348) |
| 二、抗原及抗原的合成 | (348) |
| 三、抗体的制备与纯化 | (358) |
| 四、酶联免疫分析法(ELISA)的建立 | (373) |
| 五、酶(荧光)免疫技术应用实例 | (376) |
| 第二节 放射免疫分析法(RIA) | (378) |
| 一、放射性同位素的概念 | (378) |
| 二、放射性药物标记 | (379) |
| 三、放射免疫测定中结合或游离放射性物质的分离 | (379) |
| 四、放射免疫的应用实例 | (380) |
| 第三节 免疫亲和法 | (382) |
| 一、黄曲霉毒素总量和 B ₁ 的快速测定技术 | (382) |
| 二、赭曲霉毒素的快速测定技术 | (384) |
| 三、伏马毒素快速分析——免疫亲和柱/荧光计方法 | (386) |
| 四、饲料中 DON 的快速测定方法——免疫亲和柱/荧光计法 | (387) |
| 五、玉米赤霉烯酮的测定方法——免疫亲和柱/荧光计法 | (388) |
| 六、T-2 毒素免疫亲和柱/荧光计快速测定法 | (389) |
| 第四节 生物化学测定法 | (390) |
| 一、有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量快速检测——速测卡方法 | (390) |
| 二、农药残留快速测定——分光光度计法(抑制率法) | (391) |
| 三、自动化传导法(Automated Conductance) | (393) |
| 第五节 分子生物学方法 | (396) |
| 一、地高辛修饰的核苷酸——通过 PCR 制备杂交探针 | (396) |
| 二、辣根过氧化物酶标记探针的制备 | (398) |
| 三、荧光素-11-dUTP——随机引发标记 DNA 探针 | (400) |
| 四、地高辛标记探针的 Southern 印迹杂交及化学发光检测 | (402) |
| 五、辣根过氧化物酶标记探针的杂交及增强化学发光检测 | (405) |
| 六、荧光素标记的 DNA 探针的杂交及增强化学发光检测 | (408) |
| 七、DNA 探针检测法 | (410) |
| 八、PCR 检测方法 | (415) |

| | |
|------------------------------------|--------------|
| 九、饲料中转基因大豆及其产品检测——定性 PCR 方法 | (423) |
| 十、饲料中转基因玉米及其产品检测——定性 PCR 方法 | (426) |
| 十一、饲料中牛羊源性成分的定性检测——定性 PCR 方法 | (429) |
| 第八章 饲料毒理试验方法 | (435) |
| 第一节 急性毒性试验 | (435) |
| 一、试验动物的选择 | (436) |
| 二、受试物的给予方法 | (437) |
| 三、观察指标 | (438) |
| 四、致死量的测定和评价 | (439) |
| 第二节 蓄积毒性试验 | (440) |
| 一、确定受试物有无蓄积作用的方法 | (441) |
| 二、估计受试物在体内蓄积量和蓄积作用的方法 | (441) |
| 第三节 亚急性毒性试验 | (444) |
| 一、试验动物的选择 | (444) |
| 二、受试物的测量分组 | (444) |
| 三、受试物的给予方式 | (444) |
| 四、观察指标 | (445) |
| 五、饲料 | (445) |
| 第四节 慢性毒性试验 | (445) |
| 一、试验动物的选择 | (445) |
| 二、试验期限 | (446) |
| 三、剂量分组 | (446) |
| 四、受试物的给予方式 | (446) |
| 五、饲料中营养成分 | (446) |
| 六、观察指标 | (447) |
| 第五节 繁殖试验 | (448) |
| 一、试验动物和观察代数 | (448) |
| 二、剂量分组 | (448) |
| 三、观察指标 | (448) |
| 四、两代和三代繁殖试验法 | (448) |
| 第六节 代谢试验 | (449) |
| 一、目的和意义 | (449) |
| 二、代谢试验的内容 | (449) |
| 三、尿液和粪便的收集方法 | (450) |
| 第七节 致癌试验 | (451) |

目 录

| | |
|---------------------------------------|--------------|
| 一、试验动物的选择 | (451) |
| 二、试验动物的数量 | (451) |
| 三、剂量分组 | (452) |
| 四、试验期限 | (452) |
| 五、试验动物的饲养与管理 | (452) |
| 六、试验指标的观察 | (452) |
| 七、试验结果的评价 | (452) |
| 八、敏感试验的快速筛选方法 | (453) |
| 九、与饲料工业生产有关的致癌物 | (453) |
| 第八节 致畸试验 | (454) |
| 一、试验动物的选择 | (454) |
| 二、试验结果的检验方法 | (454) |
| 三、试验结果的评价 | (456) |
| 第九节 致突变试验 | (457) |
| 一、致突变试验的原理和应用 | (457) |
| 二、试验方法 | (457) |
| 三、染色体畸变分析法 | (458) |
| 四、显性致死突变试验法 | (460) |
| 五、基因突变试验法（宿主间介试验法） | (462) |
| 第九章 饲料安全评价程序 | (465) |
| 第一节 配合饲料安全评价规程 | (465) |
| 第二节 浓缩饲料安全评价规程 | (469) |
| 第三节 预混合饲料安全评价规程 | (473) |
| 第四节 饲料添加剂安全评价规程 | (477) |
| 第五节 微生物饲料安全评价规程 | (484) |
| 第六节 加药饲料安全评价规程 | (491) |
| 附录 A 饲料药物添加剂及使用规范 | (496) |
| 附录 B 允许使用的饲料添加剂品种目录 | (514) |
| 附录 C 配合饲料安全卫生指标 | (515) |
| 附录 D 欧洲有关饲料安全性检测的国家基准实验室 | (517) |

第一章 国外检测技术研究进展和趋势

目前，国际社会特别是欧美等发达地区，对农产品及其生产过程中涉及安全卫生的质量控制有两个明显的趋势：一是这些安全卫生指标的限制量降低，并增加了诸如二恶英等的痕量指标；二是检测技术日益趋向于高技术化、智能化、专一化、系列化、速测化、动态化、便携化。前者对检测技术提出了更高的要求，后者为前者的实现提供了保证。

一、检测技术的专一化、系列化

农产品及其生产过程中涉及安全卫生项目的检测方法分为定性、定量和确证性方法三种。从监控的角度，对每种被监控的安全卫生项目要建立一套定性、定量和确证的系列方法。目前国际上特别是美国、欧盟等科技发达国家通行的做法是，按一定的规范对受检产品取样进行快速检验。这种快速筛选的方法，如酶联免疫法（ELISA）、放射免疫法（RIA）、放射受体法（RRA）、金（荧光素）标记法、cDNA 标记探针法等，在一些简单的设备辅助下，一般是在非实验室的条件下对鲜活样品进行筛选分析，只要检出的结果为阳性，受检产品就不允许上市。当需要确切知道所检测项目的存在和量时（如国内外贸易纠纷及仲裁、政府行为的监督检查），把阳性样品送到实验室内，用大型精密甚至是超精密仪器，进行进一步的确证和定量分析。此种检验程序不仅避免了人力、物力的浪费，也适应于实际生产中的工作流程，避免了生产上的损失。这对于我们这个农业生产以分散个体经营为主的国家，合理有效地控制农产品质量显得格外迫切。

二、检测技术的高科技化、智能化

在测定农产品中剧毒的污染物如二恶英，由于其含量极低，属于痕量级水平，需要使用高分辨率质谱及配套技术，应用电喷雾界面（ESI）、大气压化学电离界面（APCI）、离子阱质谱技术，实现 MS/MS……MS¹⁰ 的多次串联分析，使分辨率在 50 000 以上。这些都是国际分析领域最先进的技术，其中离子阱质谱技术的发明者 W. Paul 博士，因发明该技术的贡献获得 1989 年诺贝尔物理学奖。

研制了快速测定畜产品中抗生素类药物快速测定技术和试剂盒的美国 CHARM 公司，目前已拥有先进专利技术 50 项。该技术的核心是从细菌中获得抗生素的高亲和力受体，将被测抗生素用同位素或荧光素标记，标记抗生素与待测样品中抗生素竞争结合受体，通过检测同位素或荧光测定待测样品中抗生素。

为了控制疯牛病 (BSE)，很多国家禁止在动物饲料中使用反刍动物来源的肉骨粉。在检测测定肉骨粉动物种类的技术中，应用生物技术，研制出动物种类的 DNA 探针，并用荧光素或亲和素标记该探针，经过 PCR 增扩，通过检测荧光素或亲和素，辨别肉骨粉的动物来源。

国际上运用免疫学、生物工程技术方法建立的用于农产品安全检测的快速检测方法，有以下几个方面的特点：

- 第一，灵敏度高，可达到 10 亿万分之一，甚至更低；
- 第二，方法的特异性高，假阳性相对较低；
- 第三，适用范围较宽，可测定所有饲料和饲料产品；
- 第四，检测的费用低。

这些快速检测技术的关键是每种药物的高产、优质酶（同位素）标记抗体生产技术。与细菌、病毒及其毒素等大分子物质不同，药物是小分子物质，无抗原性，不能直接刺激动物机体产生免疫反应。通常要运用免疫化学方法将药物交联到大分子物质上，并通过合适的免疫程序，将此交联化合物免疫动物，产生抗体，制备快速检测方法。但是，并不是所有的药物都能交联成功，也不是所有交联成功的药物都具有免疫原性，即能刺激机体产生抗体。

三、检测技术的国际化

如德国 R-Biopharm GmbH 和美国 CHARM 公司生产测定饲料中多种违禁/限量药物的 ELISA 测定试剂盒、放射免疫测定试剂盒，已被美国 FDA、欧盟食品质量控制委员会、欧盟成员国内众多独立检测实验室、SGS 等所认可。例如，美国 CHARM 公司的抗生素测试现为 6 个 FDA 实验室、55 个州立实验室和 7 个美军基地作为标准使用；AOAC 也采用 CHARM 作为标准检测工具。

四、检测技术的速测化、简单化和便携化， 实现了鲜活农产品的现场测试

测定农产品中沙门氏菌、大肠菌群的工具仅为方便的试纸，测定时间大大节省。根据乙酰胆碱酯酶抑制原理，已建立了有机磷和氨基甲酸酯类农药残留的速测法。美国 Ohmicron 在 in Quest OP/Carbamate Screen 产品中，提供了快速检测方法，并验证 27 种杀虫剂的灵敏度；美国堪萨斯州推出了“酶标签仪”，对水样中有机磷和氨基甲酸酯农药的检出灵敏度可达 0.1~10 mg/kg。

即使是使用大型精密仪器的测定方法也得到了改进，减少了检测周期。如快速溶剂提取系统、固相萃取系统、超临界萃取系统、亲和柱等样品的处理浓缩技术的应用，使传统

方法下对微量、痕量成分提取的烦琐、费时程序快速化、简单化，平均每个样品提取用溶剂仅为 15~40 ml，耗时由通常的 10 h 以上下降到 20 min 之内，而且实现了样品提取的自动化。

五、国外农产品安全控制指标的变化

国际食品法典大会（Codex Alimentarias Commission, CAC）于 1999 颁布的有关植物油脂的标准（Codex Stan 210《Codex Standard for Named Vegetable Oils》）规定了直接用于人类消费的各类植物（包括油菜、大豆、花生、芝麻）油脂的质量要求，还规定了各类油料作物油脂的脂肪酸组成范围，特别强调低芥酸菜籽油的芥酸含量必须低于 2%，花生油中花生四烯酸和更长碳链脂肪酸的含量不得超过 48 g/kg。对植物油脂中重金属的最大允许量作了严格的规定：铅（Pb）、砷（As）的最大允许量为 0.1 mg/kg，铁（Fe）的最大允许量为 1.5 mg/kg，铜（Cu）的最大允许量为 0.1 mg/kg。黄曲霉毒素的最大允许量为 15 μg/kg。规定了 50 种农药残留的最大允许量。对植物油中抗氧化剂、消泡剂等食品添加剂的最大允许量也作了详细的规定。

国际标准化组织（ISO）有关油料的标准达 85 项，详细地规定了油料的术语（1 项）、油料及制品样品的制备方法（8 项）、蛋白质含量、含油量、脂肪酸组成、甾醇含量与组成、维生素 E 含量、油菜籽硫甙含量与组成、叶绿素含量、大豆脲酶活性、甲酚红指数等化学成分参数检测技术与方法（25 项）、色泽、酸值、过氧化物值、皂化值、不皂化物、水分含量等质量参数检测技术与方法（29 项）、溶剂残留量、重金属含量、抗氧化剂含量、黄曲霉毒素、苯并芘含量等卫生指标检测技术与方法（18 项）、含油量测定核磁共振等专用仪器标准（4 项）。

在欧盟颁布的《卫生与植物卫生措施》中，对油料及其制品的质量安全，如溶剂残留、芥酸、食品添加剂、棉籽饼中游离棉酚、菜籽饼中异硫氰酸酯、油料作物中的农药残留、花生和棉籽中的黄曲霉毒素 B₁ 等作了明确规定和严格要求。

提高农业标准化的发展水平，已成为提高一个国家产品的市场竞争力的重要措施。如在上世纪 70~80 年代，加拿大成功培育双低油菜品种后，随即研究建立了相应的产品质量标准和检测方法技术标准，同时通过对现行种植品种的普查，逐年降低芥酸和硫甙的最高限量，这些标准现在已经成为油菜籽国际贸易的准则，成为其他国家油菜产品进入国际市场最大的技术壁垒。十几年的时间，加拿大已发展成为世界上最大的油菜出口国。

第二章 样品采集、制备与方法选择

第一节 样品的采集

一、采样方法之一

1 范围

本标准适用于粉状和颗粒状配、混合饲料的采样方法。不适用于预混合料及有特殊要求的饲料采样方法。

2 引用标准

GB 5491 粮食、油料检验抽样、分样法

3 术语

3.1 原始样品

从现场一批饲料中采集的样品，数量一般不少于平均样品的 8 倍。

3.2 平均样品

从原始样品中用四分法缩减，供实验室分析用的样品，数量不少于 1 kg。

4 器具

4.1 取样铲，采用 GB 5491 之 1.2 的规定。

4.2 取样钎，采用 GB 5491 之 1.1.1 的规定。

5 采样地点

生产企业的现场，成品仓库及销售点。

6 采样方法

6.1 散装产品采样方法

根据堆型和体积大小分区设点，按货堆高度分层采样。

6.1.1 分区设点：在货堆的不同方位选若干个采样区。各区设中心、四角 5 个点，货堆边缘的点在距边缘约 50 cm 处。

6.1.2 采样：按区设点，先上后下逐点采样，各点采样数量一致。

6.2 散装采样方法

散装或罐车在出口处根据采样量的需要，间隔采样。

6.3 袋装采样方法

6.3.1 采样包数：5 包至 10 包逐包采样；10 包以上选取 10 包采样；5 包以下不采。

采样包的选取参照 5.1.2。

6.3.2 采样：将取样钎槽口朝下，从包的一角水平斜向插向包的对角，然后转动取样钎至槽口朝上取出，每包采样次数一致。或拆包采取。

6.4 成品出料口采样方法

在出料口采样，每 10 袋或间隔 2 min，取样铲采样。

7 样品的缩分

将样品倒在清洁、光滑、平坦的桌面或光面硬纸上，充分混匀后将样品摊成平面正方形，然后以两条对角线为界分成四个三角形，取出其中两个对角三角形的样品，剩下的样品再按上述方法反复缩分，直至最后剩下的两个对角三角形的样品接近平均样品所需的重量为止。

8 样品的包装与签封

样品应用不与其起作用的材料包装，内衬用塑料袋，外加布袋或牛皮纸袋。样品装袋后，将印有采样人印章的标签，放在样品袋内，扎紧以防松散。再贴上加盖有采样单位和被检单位公章以及采样人印章的封条，最后用塑料袋封好，置冷暗处保存。

9 采样记录

采样后要及时记录样品名称、规模型号、批号、采样基数、采样部位、采样人、采样日期、生产厂家名称及详细通讯地址等内容。

10 样品的交接

采取的样品应由专人妥善保存并尽快送达指定地点。注意防潮、防损和防丢失。

11 附录（略）

12 参考文献

GB/T 14699.1-93 饲料采样方法

二、采样方法之二

动物饲料——采样方法（摘自于 ISO 6497：2002）。

1 适用范围

该国际标准提供了在为商业、技术和法律为目的质量评价中，对动物饲料包括鱼饲料的采样方法。本方法不适用于宠物饲料，也不适用于以微生物检验为目的的采样。在某些条件下，对不同物理特性的饲料采样，选择特殊的方法。对有相应国际标准产品的采样，按这些相应的标准执行，见参考目录。为检测某些分布不均匀成分的采样见附录 A。

2 术语和定义

本国际标准采用下列术语和定义。

2.1 交付物

一次给予、发送或收到的某个特定量的饲料。

注：它可能由一批或多批饲料组成（见 2.2）。

2.2 批（批次）

假定特性一致的某个确定量的交付物。

2.3 份样

一次从一批产品的一个点所取的样品量。

2.4 总份样

通过合并、混合来自同一批次产品的所有份样得到的样品量。

2.5 缩分样

总份样通过连续分样和缩减过程得到的数量或体积近似于试样的样品，具有代表总份样的特征。

2.6 试样

由缩分样分取的部分样品，用于分析和其他检查用，且能够代表某批产品质量和状况。

注：所取每种样品，一般分 3 或 4 份试样，一份提交检验，至少一份保存用于复核，如果要求超过 4 份样品，需要增加缩分样，以满足试样最小量的要求。

3 通 则

3.1 代表性取样

代表性取样的目的是从一批产品中获得小部分样品，这小部分样品的任何通过测定得到的特性能够代表该批产品的平均值。

3.2 选择性取样

如果被取样的一批次产品的某部分在质量上明显不同于其他部分，则这部分材料应该划分出来，单独作为一批产品，并在取样报告中加以说明。

3.3 统计学考虑

认同取样是动物饲料取样通常的方法。对取样属性而言，存在着根据二项式分布进行的理论取样方法，但在实际工作中，这个方法应简化为批量大小和份样数量间平方根关系。

注 1：对于散装产品，如果批量 2.5 t 以下，至少取 7 次份样，如果批量 2.5 t 和 80 t 之间，所取份样数至少等于 $\sqrt{20m}$ ， m 是批量的质量，以吨计。如果批量超过 80 t ，平方根关系仍然适用，但取样代表性的风险增加。

注 2：平方根关系的应用对袋装动物饲料、液体饲料和半液体饲料、舔块饲料以及粗饲料来说有点不同，因为样品大小可能不同。

4 取样人员

取样应该由适当训练和具有饲料取样经验的人员执行，且取样人员能特别意识到产品和取样过程可能涉及到的危害和危险。

5 采样前对货物的确认和全面检查

取样前应确认有疑问的货物，为此应适当比较货物的数量、重量或货物的体积、容器上的标记和标签，以及相关证明的条目。