

# 美国二次压缩苜蓿草捆的取样与样品前处理方法

李宏宇<sup>1</sup>, 杨茁萌<sup>2</sup>, 仇学军<sup>3</sup>, 高明<sup>4</sup>, 童荣信<sup>5</sup>, 索俊平<sup>6</sup>

(1.天津好牛生物科技有限公司, 天津 300000; 2.北京厚德瑞商贸有限公司, 北京 100054;  
3.北京丰尊百奥生物科技有限公司, 北京 101106; 4.光明牧业有限公司, 上海 200436;  
5.天津好牛动物营养技术有限公司, 天津 300000; 6.乌兰察布市易马农牧科技有限公司, 乌兰察布 012000)

中图分类号: S823.4 文献标识码: A 文章编号: 1004-4264 (2019) 02-0054-06

DOI: 10.19305/j.cnki.11-3009/s.2019.02.015

**摘要:** 随着苜蓿草进口量的不断增加, 质量纠纷不断发生, 行业亟需根据苜蓿二次压缩草捆的产品特点制定出行业公认的取样标准。天津好牛团队联合多家企业及多位专家完成实地取样和送检样本近500份, 首次提出了苜蓿二次压缩捆取样的规范方法, 并对如何配合实验室检测工作条件提出了指导意见。

自从2008年中国正式开放美国苜蓿草进口贸易以来, 我国苜蓿草进口量连年屡创新高。据海关统计, 2016年全年苜蓿草进口总量达到了146万t, 其中美国苜蓿草进口128.83万t, 占进口总量的88%, 美国仍为中国苜蓿草产品进口第一大国。随着苜蓿草进口量的不断增加, 质量纠纷不断发生, 行业亟需根据苜蓿二次压缩草捆的产品特点制定出行业公认的取样标准。

2016年, 由苜蓿草贸易企业、奶牛集团和检测机构相关的专家联合发起组成了研讨组, 共同探索和研究制定该取样和检测的科学方法。天津好牛团队受研讨组委托开展了实地取样和送检工作, 并委托三家第三方实验室开展检测和数据的收集工作。团队历时一年的时间, 完成实地取样和送检样本近500份, 样品覆盖了华北、华东和东北等地区, 为该研究提供了科学的依据。通过对检测数据的科学分析和认真讨论, 首次提出了苜蓿二次压缩捆取样的规范方法, 并对如何配合实验室检测工作条件提出了指导意见。

## 1 研究二次压缩草捆取样方法的意义重大

收稿日期: 2018-11-20

### 1.1 中美苜蓿贸易质量纠纷存在的分歧意见

第一, 美国牧草检测协会 (NFTA) 不接受二次压缩苜蓿草捆的质量分析。目前, 美国牧草检测协会 (NFTA) 有明确规定: 不授权, 不证明并不予接受出口二次压缩苜蓿干草的质量分析。中国企业认为不能因为没有二次压缩捆抽检规范, 就要求中国买家被动接受美国一次压缩捆的检测结果。

第二, 美方不认可中方的取样作业。在美国, 牧草抽检员需要经过NFTA的技术培训, 取得美国农业部采样员资格证书后才能上岗工作。我国没有可执行的行业规范, 操作人员取样比较随意, 甚至随手抓取样也普遍存在。不规范的取样方式自然不能被供应商所认可, 给苜蓿草交易带来太多的质量争议。

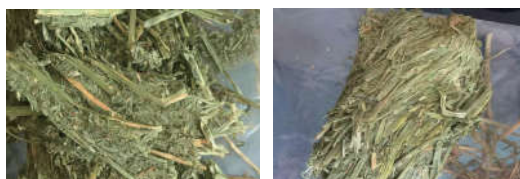
### 1.2 美国NFTA不接受二次压缩苜蓿干草质量分析的原因

首先, 美国是在田间一次打捆完成后进行抽样检测, 并根据检测结果分出等级, 然后进行采购、加工和出口交易。一次压缩捆可最大限度地保留其内部叶片、茎秆的自然分布形态, 抽样检测准确率高, 具有代表性。而二次压缩捆是将一次压缩捆以原料形式在工厂经

二次压缩，生产出适合集装箱运输的出口型包装品（见图1）。苜蓿一次草捆在多重方向的高压机械作用下，叶片和茎秆的分布和形态会发生根本性改变，如果原料水分过低，叶片经挤压后会变成粉末状，造成抽样检测不具有代表性。打开二次压缩苜蓿草捆会发现内部叶片、茎秆分离，叶片分布不均匀，或者有物理性结块现象，完全改变了一次压缩捆内部叶片、茎秆自然均匀分布的状态（见图2）。在这种情况下，用传统的取样设备和方法来抽取二次压缩草捆的样品，尤其是在采样点和采样数量存在缺陷的情况下，很难采集到具有代表性的样品。



图1 美国一次压缩苜蓿草捆（左图）和二次压缩草捆（右图）



叶片物理性结块

茎秆物理性结块



水分过低挤压后形成的叶粉

叶粉分布状态没有规则

图2 苜蓿二次压缩草捆内部发生的物理结构性改变

其次，美国苜蓿草取样设备是根据一次压缩捆密度而设计的，在取二次压缩捆的样品时存在缺陷。

笔者从美国收集了多种取样设备，发现在用于二次压缩捆取样时均非常吃力，耗时长，而且取不到30cm深度的样品，不适用于二次压缩捆取样。钻头式取样器是目前一次和二次压缩草捆混用的一款取样器，需要电力支持，钻头配件成本高，取样吃力，取样点少，高转速下钻头过热对样品质量会产生影响，易发生火灾。刺刀式取样器为一次压缩捆的取样设备，对二次压缩包型取样非常困难，由于包型密度高很难扎进去，无法正常使用（图3）。



钻头式取样器

刺刀式取样器

图3 美国常见的苜蓿干草取样器

### 1.3 在工厂二次压缩生产过程中，不具有再抽检定级的可能性

在美国，贸易商首先是对农场的一次捆苜蓿进行抽样检测，定级定价，采购入库。然后按一次捆苜蓿检测的质量级别与中国买家签订销售合同，依照合同的发运时间，将一次捆苜蓿运到加工厂进行二次压缩，完成二次压缩后就立即开始装箱集港，进入出口程序。整个生产过程衔接非常紧密，当天生产的二次捆当天就集港，没有成品库存，也不可能加压后重新抽样送检、定级和办理植检证等文件。因此，在加工厂生产环节上不具有再取样定级的可能性。否则，将会彻底颠覆原料收购和生产出口的程序，农民更不接受贸易商将苜蓿加压后再定级定价和付款的交易。

乳企质量管控升级，尤其大型牧业对苜蓿草的取样和检测十分严格。由于没有统一的取样规范和标准，检验方法不一致（化学法与近红外法），其检测结果普遍与美国原厂质量报告有很大的检测差异，RFV值普遍低10~20个单位，产生了种种争议和大量质量索赔，影响了正常的苜蓿草交易和双方的互信。因此，尽快建立统一、科学的取样设备和方法，规范第三方实验室的检测方法和样品预处理流程对进口苜蓿的交易具有重要的实际意义。

## 2 取样设备的验证与使用

### 2.1 针式牧草取样器简介

经过测试和综合对比几款常用的牧草取样设备，我们建议使用“针式牧草取样器”作为行业统一取样工具（图4）。这款取样器是由天津好牛生物科技有限公司根据二次压缩苜蓿草捆的高密度特点而设计开发的。针式牧草取样器”全套配置组成为：工具箱1个、重锤1把、取样针2只、疏通杆1只、定量取样罐2个、取样罐盖子1个、紧固扳手1把。取样器全重约7kg，刀口直径

12mm，作业长度30cm，小口径刀头可满足多点快速取样的设计要求。定量取样罐采用无毒PP材质，以罐体容积控制取样量，达到可定量取样的设计要求。后期使用只需换取样针，使用成本较低。“锤子钉钉子”是针式取样器的基本原理，重锤重量可有效增加冲击力。取样器全手动操作，无需电力支持，使用不受环境限制，其体积小和方便携带等特点适用于经常性的取样作业。经大量取样实验证明：“针式牧草取样器”具备取样深度深、易操作、快速和可定量的优点，符合实验室对样品前置处理的基本要求。



取样器全套配置组成



安装好的取样器



使用针式取样器取得的样品

图4 针式牧草取样器

## 2.2 取样器的安装与使用

首先，将取样针拧到重锤连接口，使用扳手将取样针紧固在重锤上。然后，将定量取样罐安装在重锤底部，用手拧紧，就可进入操作。取样时，取样角度应与草捆保持90°左右。双手紧握把手平行直角快速打入草捆定点位置，要求尽量打到底。角度偏差太多容易造成

取样针弯曲，也会造成取样深度不够。使用疏通杆疏通取样针时要用手护住刀口后操作，尽量避免疏通杆与取样针刀口的硬接触，造成刀头损伤。对国产一次压缩草捆取样，应尽量注意避免打到捆草绳和石头等硬物。取样器的安装与使用见图5。



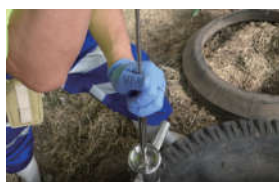
安装取样针



安装取样罐



90° 直角取样



疏通取样针

图5 取样器的安装与使用

## 2.3 满足多点 and 定量取样法的要求

### 2.3.1 多点取样检验

每个取样人员取样打点14~16次就可以取满一罐，用时大约5min，取一个200g的标准样品需要10~15min。定量取样罐可有效保证取样样点数为15个，控制取样量为100g，只要将样品取到罐口的位置即可，取样罐不满可增加取样点予以补充，见图6。当掌握了定量取样罐每罐可取100g的样品，2罐就可以相对准确地做出200g的样品，以对应实验室对样品预处理的要求。



图6 定量取样罐中样品

### 2.3.2 定量取样检验

以打满一罐为标准，倒入样品袋测重，共测试14罐，平均116g/罐。将两罐样品合并为一个样品，平均221g，每罐平均可钻取16个样点，取样深度可达30cm，结果见表1。检验结果表明，定量取样罐可以实现多点、定量取样的目的，保证一个样品（2罐）可以



随机取30个点以上，样品总重在200~250g范围，并且钻深为30cm。取样员完全可以根据取样罐内样品的满溢程度判断样品的基本重量和样点数，不用担心取样点会少于30个，或者取样重量过多过少的问题。因此，该取样钻及其样品罐满足了二次压缩苜蓿草捆取样的科学要求。

表1 多点定量取样的测定

项目	取样捆数	取样点数(n)	取样罐数	取样点数/罐	样品重(g)
每罐取样量测试	56捆	224点	14罐	平均16点/罐	平均116g/样品袋
2罐/样品袋	16捆	64点	4罐	平均16点/罐	平均221g/样品袋

### 3 随机多点定量取样方法

正确取样对于准确测定干草和草料的营养成分极其重要，实验室测定的结果是否准确完全取决于样品的代表性。在实际工作中，取样带来的误差远远大于实验室测定的系统误差。苜蓿草的特殊性在于叶片和茎秆在NDF、ADF和粗蛋白含量等方面存在的巨大差异，茎叶比在取样中发生变化就会导致RFV的变化。二次压缩无疑改变了一次捆内部叶片、茎秆的分布均匀性，这种变化又直接与加压机型、密度和包形尺寸有关。采样点数越少，茎叶比误差就越大，而按照传统的取样设备和方式难于采集到能够代表整垛/批草的样品。因此，随机多点、多捆数、多批次、定量取样是有效减少误差的科学方法，根据本取样法的验证结果，特制定了二次压缩苜蓿草捆随机多点定量取样方法。

#### 3.1 取样原则

从统计学来讲，能够代表总体（一车草、一垛草或一票草）真值的样品才称之为“样本”。所以，抽样方法必须科学、可操作，以保证数据的真实性。

#### 3.2 取样前的准备工作及注意事项

3.2.1 取样前的准备工作：检查取样工具箱配件是否齐全，是否携带好样品袋、油性记号笔和冬天用手套等。

3.2.2 提前规划好取样路线：根据草捆码放情况和取样环境的便利性，制定并规划好取样方案，取样路线能够保证取到足量的样品。

3.2.3 注意事项：取样要在同一批次的产品基础上进行，不可混检。尽量避免在雨天或雨后特别潮湿的环境

下取样。

#### 3.3 取样面和取样点位置

取样点位置选择见图7。取样面要选择有LOGO的包装正面，不可在裸露面部分取样。草捆一般为十字刀8切捆，取样点位置不能选在草捆的切割线位置，此处茎叶结构已破坏。以包装中线为界，取样位置应选择在包装分割线的上下左右区域内。



图7 取样面与取样点选择

#### 3.4 取样前对包装的前置处理

实验证明，取样时混入的包装塑料丝会影响NDF的检测数据，从而影响到RFV值。为了避免取到塑料包装物，取样前应将包装的上下部分用刀割开，在开口处取样。若不慎取到包装塑料，应将其挑出，以保证样品的洁净，见图8。



取样前要将包装的上下部分用刀割开



挑出塑料丝

图8 取样前对包装物的前置处理

#### 3.5 多点取样操作和定量取样方式的设定

经大量取样测试和方法修正，随机多点定量取样方法可根据草捆码放和数量情况采用1捆4点和1捆6点两种方式取样。标准样品的定量设定为200g/样品，即每两罐样品装入一个样品袋。

#### 3.6 取样点和取样路线的设定

### 3.6.1 1捆4点取样法

1捆4点取样可分为两种,即常规1捆4点取样和组合4点取样。组合4点取样,适用于大批量货物的抽检,上下两包组合一起取样,要遵循均衡取样原则,取样点不能重复。取样方法和取样位置见图9。



图9 1捆4点取样图示

### 3.6.2 1捆6点取样法

1捆6点取样,是在货物堆高无法取到足够样品的情况下采用,这种情况在牧场会经常遇到。组合6点取样,上下两包的取样点不能重复,遵循均衡取样原则,避免打到“十”字刀切口处。取样方法和取样位置见图10。



图10 1捆6点取样图示

### 3.6.3 取样路线

不管是4点或6点取样,取样路线都要根据现场的情况来设定,取样路线上的捆包尽可能都要取到,要遵循随机、多点和定量取样的原则,尽可能抽取到足够数量的标准样品,取样路线见图11。

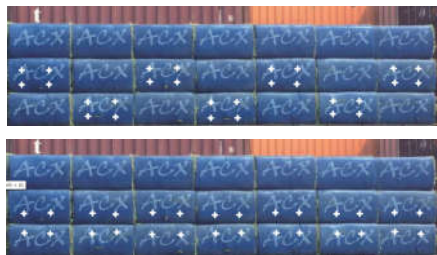


图11 参考取样路线

## 3.7 样品重复数量

在二次压缩苜蓿草捆的取样检测中发现,在同一车/批次货中抽取多份样品,其检测值之间常存在差异或显著差异,即使在一捆草中同时取两份样品检测也会有差异,说明一个检测报告的结果不具有代表性,需要通

过重复(平行样品)来克服这一误差。因此,本方法建议同批次取样要同时取2~3份的重复样品,一并送检,即做到每个样品是在随机30个点以上的混合样品,每个批次又有2~3个重复样品,这样可以有效消除误差。取样重复次数可参考表2。

表2 样品重复次数参考表

以车为单位	1车	2~5车	5~10车
取标准样品	标准样品≥2份	标准样品≥3份	标准样品≥3份
实验室检测	平均值	平均值	平均值

## 4 其他注意事项

### 4.1 根据实验室的样品处理能力,定量取样送检

每个实验室对样品的实际处理能力是有限的,不规范取样送样和超量送样都会给实验室带来检测工作上的额外负担,实验室可能会进行分样,这样就增加了误差发生的可能性。因为样品袋中的苜蓿草样会出现茎叶分离,叶沫、草粉和尘土会沉积在样品袋底部,并且移动速度很快,人工四分法分样再粉碎,根本无法做到样品的营养成分均衡,无法保证分样的准确性。数据表明,随意分样检测出的质量指标明显偏低。因此,送检样品的重量以200g为宜,实验室检验员也要保证不再分样,必须进行一次性全部粉碎。

### 4.2 送样单位不能对样品做预粉碎处理,需由实验室统一做样品的预处理工作

一些大型牧业企业都有自己的实验室,在涉及送第三方检测时,因担心实验室会随意分样,个别企业实验室会将样品进行简单的预粉碎处理后再寄送到第三方实验室。但是,企业的粉碎机达不到NIR实验室对颗粒度一致性的要求,这样的样品是不能直接用于检测的,第三方实验室还需要进行再次粉碎,进而导致颗粒度小的会更小更细,粉碎粒度不一致会给NIR检测造成误差。因此,建议对已经取好的标准样品,在封样后不作任何拆包、分样或预粉碎等处理。

### 4.3 实验室要减少样品粉碎损耗引起的检测差异

目前实验室所采用的细粉碎设备分为两种,离心式粉碎机与旋风式粉碎机。离心式粉碎机有不同的容积规格,中型设备对一般在200g左右的样品都可以做一次性处理,因为它是封闭式粉碎产生的粉尘较少,样品重量不会流失。而旋风式粉碎机是将样品一边投入一边研

磨,粉碎过程会产生较大粉尘,需要除尘设备或收集除尘管道,损耗较大。

研究团队在蓝德雷实验室用旋风式粉碎机进行了样品粉碎的损耗实验,对比了样品粉碎前后的重量,两组试验证明样品重量分别损失了4.5%和4.1%,而粉碎流失的部分一般是苜蓿草富有营养的叶粉部分。委托易马Dairy One实验室用旋风式粉碎机粉碎后,做了草粉回收与不回收对测定结果的影响实验,结果发现草粉回收与不回收草粉的RFV指标存在显著差异。因此,粉碎设备也会给测定造成误差,要求实验室必须回收草粉以降低检验误差。

#### 4.4 实验室要保证先将样品袋中的草粉进行充分混匀后,再取样上机检测

在易马Dairy One和蓝德雷实验室,我们与工作人员一起做了样品粉碎后直接取样上机测定和先充分混合后再取样上机检测的对比实验。实验结果证明,两种取样测定的结果存在差异。同一样品粉碎后未经混合的样品的RFV为143,粉碎后增加充分混合环节的样品RFV为152,而这个差异已经将同一样品判定成不同级别的

苜蓿了。因此,实验室在上机测定前一定要增加样品充分混合的技术环节。本文建议要设定正常的苜蓿草检测误差值范围,因为客观条件决定了取样作业或实验室检测不可能做到尽善尽美,无法避免这些误差,将二次压缩苜蓿草检测的RFV误差值范围定为10个点是合理的。

#### 4.5 标签

送样单位填写样品标签应科学和规范。标签一般应包括以下内容:样品名称、生育期、茬次、采样地点及草垛编号、采样时间、生产单位、送样单位和送样时间。标签应放于样品袋里,送样人也同样做好笔记备查。样品采集后立即将密封袋排气密封,防止开裂和受潮。

致谢:特别感谢以下提供取样和第三方检测支持的单位:唐山恒天然牧场有限公司、天津好牛生物科技有限公司、内蒙古圣牧高科牧业有限公司、北京厚德瑞商贸有限公司、内蒙古富源国际实业有限公司、甘肃杨柳青牧草饲料开发有限公司、内蒙古优然牧业有限公司、集宁易马Dairy One实验室、现代牧业(集团)有限公司、黑龙江双城蓝德雷实验室、光明牧业有限公司、北京CVAS实验室。

### 好书速递

## 《中国奶业年鉴(2017卷)》

出版时间:2018年4月 定价:580.00



《中国奶业年鉴》是反映我国奶业发展情况的综合性年刊,也是农业部年鉴系列中的一部重要产业年鉴,2002年经农业部批准由中国奶业协会组织编纂,已经连续出版十五卷。2017卷为第十六卷本。

《中国奶业年鉴》自出版发行以来,客观记述了我国奶业的发展历程,反映了奶业生产的实际情况,为行业管理部门制定规划、政策和实施决策提供了依据,为奶业生产经营者提供了技术和数据支持,为广大消费者提供了市场和信息引导,是中国奶业发展的编年史册,也是奶业行业发展的公报。

行业数据主要采用国家统计局、海关总署和国家发展和改革委员会的统计数据,部分数据资料由农业部畜牧业司、全国畜牧总站、中国奶业协会和中国乳制品工业协会等单位提供。2017卷所刊载资料一般截至2016年年底,部分时效性较强的资料不限于2016年。

#### 购书方式:

联系电话:010-62673004

将书款直接汇款到下列帐号:

帐户名:北京四而博达广告有限公司

账号:0200006109200118951

开户银行:中国工商银行北京清河镇支行

汇款时请注明汇款人姓名和联系方式,以方便邮寄图书。