

УДК

Барашков НН, Иргиебаева И.С., Mantel A.I., П. В. Писаренко, О.М. Омелян, В. Ю. Крикунова, Т. В.

Сахно

ПРИМЕНЕНИЕ СТАТИСТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ СТАНДАРТА GMP+ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ ФЕРРОМАГНИТНЫХ МИКРОТРЕЙСЕРОВ ДЛЯ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА ПЕРЕМЕШИВАНИЯ КОРМОВ ДЛЯ ПТИЦЕВОДСТВА И ЖИВОТНОВОДСТВА

Главной целью данной работы является обсуждение проблем, связанных с введением стандарта GMP+ на украинских предприятиях и поиск путей улучшения качества процессов смешивания с использованием статистической обработки результатов. Сертификация GMP+ достаточно широкая и позволяет многим фирмам сертифицировать свою деятельность,— как компаниям-производителям, так и трейдерам, а также перевозчикам. Сертификация возможна по многим стандартам, рассмотрим один из них-GMP+B2. Особое внимание в нашей работе уделено получению и обработке данных, необходимых для статистической оценки качества смешивания многокомпонентных кормов на основе оценки распределения добавленных частиц-трейсеров. Методика оценки качества смешивания кормов занесена в стандарт GMP+B2. Требования к сертификации по схеме GMP+ являются достаточно жесткими ко всем элементам производства и особенно к качеству смешивания кормов. Производитель кормов, который решил пройти процедуру сертификации, должен обязательно проверить свое оборудование на качество смешивания.

Американская компания Micro-Tracers, Inc ((Сан-Франциско, California) [1] – единственный в настоящее время производитель ферромагнитных микротрейсеров, предложила использовать эти материалы для нескольких областей сельского хозяйства, включая оценку качества смешивания кормов. Создатель этой компании Dr. S.Eisenberg является автором многочисленных патентов в области изготовления ферромагнитных микротрейсеров и их использования в таких областях, как маркировка компонентов комбикормов, контроль за кросс-контаминацией и оценка эффективности работы смесителей [2-6].

Рассматривая возможности использования ферромагнитных микротрейсеров для оценки качества смешивания, следует также выделить публикации Дэвида Эйзенберга, президента Micro-Tracers. Inc. [7-11]. В этих работах обосновывается подход к оценке однородности смеси, основанный на использовании распределения Пуассона в сочетании с критерием Пирсона хи-квадрат. Хотя статистическая теория, лежащая в основе этого подхода, не подлежит сомнению, на наш взгляд было бы полезным осветить некоторые практические аспекты, связанные с использованием ферромагнитных микротрейсеров в составе кормовой смеси для определения степени ее однородности. Чтобы получить верные статистические оценки качества смешивания необходимо ответить на следующие вопросы:

1. Сколько проб следует брать из смеси для анализа?

2. Сколько частиц микротрейсера необходимо добавить в смеситель перед началом перемешивания, чтобы обеспечить точные результаты?

3. Насколько велик должен быть вес каждой пробы ?

4. Откуда следует брать пробы?

5. Сколько суб-проб следует брать из каждой пробы?

Содержание ответов на эти вопросы, от которых зависит количественное определение качества смешивания, связано с различными производственными условиями, а также природой (качеством) оборудования, которое используется.

Смешивание сыпучих, гранулированных материалов является очень сложным процессом, где смешанные компоненты распределяются случайным хаотическим движением частиц. Процесс смешивания реализуется в различных смесителях, отличающихся по типу, форме смесителя, технологическим параметрам и т.д. На процесс смешивания сильно влияют физические свойства компонентов кормов. Целью процесса смешивания кормов является создание равномерной смеси кормов за минимальный промежуток времени, чтобы максимально повысить эффективность процесса. Недостаточное смешивание ингредиентов кормов может привести к повышенной концентрации токсичных компонентов смеси, а также минералов и витаминов в одних частицах корма (например, гранулах) или дефициту этих компонентов в других частицах. Вместе с тем существует опасность, что чрезмерное смешивание может привести к сегрегации ингредиентов из-за свойственного процессам просеивания и смешивания образования статического заряда [12].

За последние годы требования к однородности комбикормов выросли в связи с усложнением их рецептуры, которая содержит все больше компонентов. При этом не имеет большой разницы попадают компоненты в корм непосредственно в смеситель или они добавлены в корм с премиксами.

Для контроля качества смешивания кормов на производстве применяются тесты на их однородность, использующие различные индикаторы или трейсеры. В качестве трейсеров современные методики тестов на однородность используют такие вещества, как хлориды, соединения фосфора, кальция, марганца, кобальта, а также витамины, аминокислоты, лекарственные препараты. В то же время определение в комбикормах таких трейсеров, как витамины или лекарственные вещества требует наличия дорогостоящего оборудования.

Ферромагнитная разновидность трейсеров, предложенная компанией Micro-Tracers Inc., представляет собой частицы железа из нержавеющей стали, на поверхности которых адсорбируются пищевые красители разных цветов.

В наших исследованиях (см., например, [13,14]) ферромагнитные трейсеры вводились в оборудование для смешивания в качестве одной из микродобавок при рекомендуемой дозировке 50 г на тонну смешиваемого комбикорма. Затем с помощью вращательного детектора [14] из отобранных проб смешанного комбикорма отделяют частицы микротрейсера. В таблице 1 приведены результаты проверки качества смешивания кормов с помощью микротрейсеров компании Micro-Tracers Inc., где результаты интерпретированы с помощью статистического анализа на основе стандарта GMP+BA2.

Таблица 1. Опытные результаты проверки качества кормов с помощью микротрейсеров

N	X_i	i	n	$X_i - X_{\bar{e}} = d_i$	d_i^2
1	52		1	2	4
2	48		1	-2	4
3	46		1	-4	16
4	53		1	3	9
5	51		1	1	1
Σ	250		5	0	34
$X_{\bar{e}} = 250:5 = 50; D_{\bar{e}} = d_i^2/n = 34/5 = 6,8; S_{\bar{e}} = 2,608$					

где $X_{\bar{e}}$ – выборочное среднее, $D_{\bar{e}}$ – выборочная дисперсия, $S_{\bar{e}}$ – выборочное среднее квадратическое отклонение.

Если рассчитывать среднее значение количества трейсеров по формуле

$$\bar{X} = \frac{k}{m},$$

где k – количество трейсеров, взятых для исследования, m – масса всех компонентов смешения, то распределение трейсеров в смеси будет определяться одним неизвестным параметром S – генеральным средним квадратическим отклонением, и для нахождения количества степеней свободы необходимо использовать формулу

$$r = n - 1,$$

где r – количество степеней свободы, n – количество взятых проб (объем выборки).

В таком случае по таблице стандарта GMP+BA2 вероятность получить равномерную смесь будет следующей.

Для значение критерия

$$\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^5 d_i^2}{X_{\bar{e}}} = \frac{34}{50} = 0,68.$$

приблизительно принимаем $\chi^2 = 1$.

При $\chi^2 = 1$ и $r = 5-1=4$, $P(\chi^2 = 1, r = 4) = 91\%$.

Если рассчитывать среднее значение количества трейсеров по формуле

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n},$$

где x_i – количество трейсеров, выявленных при исследовании i -й пробы, n – количество отобранных проб, то распределение определяется двумя неизвестными параметрами S и \bar{X} – генеральным средним, и тогда для нахождения количества степеней свободы необходимо использовать следующую формулу

$$r = n - 2,$$

где r – количество степеней свободы, n – количество взятых проб (объем выборки).

В таком случае по таблице стандарта GMP+BA2 вероятность получить равномерную смесь будет следующей:

$$P(\chi^2 = 1, r = 3) = 80,1 \%$$

Хотя различие в значениях вероятностей в случае различных методов оценки числа степеней свободы выглядит существенным, на самом деле оно не является критическим. Такое заключение следует из того факта, что во всех случаях, когда $P > 5\%$, смешивание считается полным (по стандарту GMP+BA2).

Требования к однородности комбикормов, которыми компания Micro-Tracers Inc. предлагает руководствоваться согласно международным стандартам GMP+, представлены в таблице 2 (см. [15]).

Таблица 2. Требования к однородности комбикормов при определении однородности с помощью прямых методов.

Вероятность P	Оценка
$P \leq 1\%$	Неполное смешивание
$1\% < P < 5\%$	Промежуточное смешивание, которое может быть рассмотрено как неполное смешивание в случае когда оператор допустил какую либо ошибку в своих действиях. Рекомендуется повторить текст
$P \geq 5\%$	Полное смешивание

Таблица 3. Требования к однородности комбикормов при определении однородности с помощью косвенных методов

Коэффициент вариации C_v	Оценка
$C_v \leq 8\%$	Полное смешивание
$8\% < C_v < 12\%$	Удовлетворительное смешивание
$C_v \geq 12\%$	Неполное смешивание

В случае, если результаты тестирования показывают неполное смешивание, пользователь GMP+ должен: 1) сообщить о возможных причинах; 2) выполнить корректирующие мероприятия; 3) выполнить новый тест, чтобы проверить, что принятые меры приводят к полному смешиванию.

Выводы

1. В данной статье обсуждается целесообразность использования ферромагнитных микротрейсеров, производимых компанией Micro-Tracers Inc., для количественной оценки качества смешивания кормовых смесей. Методика обработки экспериментальных данных, которая включена в стандарт GMP+BA2, основана на применении статистики Пуассона и расчете значений критерия Пирсона «Хи квадрат».

2. Показано, что использование различных методов оценки числа степеней свободы в большинстве случаев не влияет на заключение о завершённости смешивания с оценкой вероятности с использованием распределения Пуассона.

Література

1. www.microtracers.com
2. Eisenberg S., Iron-based tracers, US Pat.3, 469, 990, 1969.
3. Eisenberg S., “Tracers”, US Pat.4,029,820, 1977.
4. Eisenberg S., “Tracer-containing composition”, US Pat.4,152,271, 1979
5. Eisenberg S., “Protected iron tracer composition and method of making”, US Pat. 17,188,408, 1980.
6. Eisenberg S., “Microingredient containing tracer”, US Pat.4,654,165, 1987.
7. Eisenberg D.A., President of Micro Tracers, Inc. of San Francisco International Milling Flour&Feed, June 1994.
8. Eisenberg D., “MicrotracersTM F and their uses in assuring the quality of mixed formula feeds”, Advances in Feed Technology, 1992, V.7, 78.
9. Eisenberg S and Eisenberg D, Particle Size and Mixing Problems for Aquatic Feeds”, Feed Manufacturing, Technology IV, AFIA, 1994
10. Eisenberg S and Eisenberg D. “Markers in Mixing Testing: Closer to Perfection”, Feed Management, November 1992

11. Olivera Djuragic, Jovanka Levic, Slavica Sredanovic, Ljubinko Levic, Evaluation of Homogeneity in Feed by Method of Microtracers®, Archiva Zootechnica, 2009
12. Сахно Т.В., Короткова І.В., Барашков Н.Н. Вивчення сегрегації ферромагнітних мікротрейсерів від преміксів: результати тестування в модельних умовах і умовах транспортування і зберігання // Зернові продукти і комбікорми 2017, Volume 17, Issue 2 С.28-33.
13. Барашков Н.Н., Писаренко П.В., Крикунова В.Ю., Сахно Т.В., Крикунов О.А. Ферромагнитные микротрейсеры, как индикаторы качества однородности комбикормов для животноводства и птицеводства // Зернові продукти і комбікорми. - 2016. - Vol.63, N I.3. - С.34-40.
14. Писаренко П.В., Крикунова В.Е., Сахно Т.В., Крикунов О.А., Барашков Н.Н. Применение ферромагнитных микротрейсеров как индикаторов качества однородности комбикормов в сельском хозяйстве // Вестник Курганской ГСХА. – 2016. – Т. №4. - С.-50-54.
15. GMP+ Feed Certification scheme Module: Feed Safety Assurance GMP+ BA2 Control of residues Version: 1st of July 2017