



## Контроль остатков

GMP+ BA 2

Редакция RU: 1 июля 2017 года

**GMP+ Feed Certification scheme**



## История документа

№ редакции/ Дата утверждения	Поправка	Применим о к	Конечная дата выполнения
0.0 / 06.2014	Это новый документ. Документ состоит из бывшей Части В GMP+ ВА1 <i>Стандарты на продукцию</i> и бывшей Части В GMP+ ВА4 <i>Отбор образцов и проведение анализов</i> . Также был обновлен ряд требований.	Все документу	01.01.2015,  За исключением разделов 4.2.4 и 4.2.5, которые должны быть окончательно выполнены 01.10.2015
1.0 / 04-2017	Добавлены методы измерения гомогенности сухих смесей  Исправлены неправильные ссылки	6  5	01.07.2018

**Редакционное примечание:**

Все изменения в этой версии документа выделены следующим образом:

- Новый текст
- Старый текст

Участник должен внедрить изменения не позже конечной даты их выполнения.

**СОДЕРЖАНИЕ**

<b>1</b>	<b>ВСТУПЛЕНИЕ</b> .....	<b>4</b>
1.1	ОБЩАЯ ИНФОРМАЦИЯ .....	4
1.2	СТРУКТУРА СХЕМЫ СЕРТИФИКАЦИИ КОРМОВ GMP+ .....	5
1.3	СФЕРА ПРИМЕНЕНИЯ .....	5
<b>2</b>	<b>ВВОДНАЯ ИНФОРМАЦИЯ</b> .....	<b>7</b>
<b>3</b>	<b>ГРАНИЧНЫЕ ЗНАЧЕНИЯ ДЛЯ ОПАСНЫХ ОСТАТКОВ</b> .....	<b>9</b>
<b>4</b>	<b>ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К КОНТРОЛЮ ОСТАТКОВ</b> .....	<b>14</b>
4.1	ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ / УСТАНОВКИ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА КОРМА .....	14
4.2	КОНТРОЛЬ ОСТАТКОВ ПОСРЕДСТВОМ СОБЛЮДЕНИЯ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТИ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ОПЕРАЦИЙ .....	16
4.2.1	<i>Общие положения</i> .....	16
4.2.2	<i>Процент переходящего остатка на производственных установках</i> .....	17
4.2.3	<i>Коэффициент безопасности</i> .....	17
4.2.4	<i>Валидация и периодическая проверка («мониторинг»)</i> .....	18
4.2.5	<i>Дополнительная информация о коэффициенте безопасности</i> .....	19
<b>5</b>	<b>МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА</b> .....	<b>22</b>
5.1	ВВЕДЕНИЕ .....	22
5.2	ОБЩИЕ ОСНОВОПОЛАГАЮЩИЕ ПРИНЦИПЫ КАСАТЕЛЬНО ИЗМЕРЕНИЯ ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА .....	23
5.3	ОБЕСПЕЧЕНИЕ КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОБАЛЬТА (РЕФЕРЕНТНЫЙ МЕТОД) .....	27
5.4	ПРОЦЕДУРА ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА В КОМБИКОРМОВЫХ СМЕСЯХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОБАЛЬТОВЫХ МИКСОВ .....	39
5.5	ПРОЦЕДУРА ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА В КОМБИКОРМОВЫХ СМЕСЯХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКСА МАНГАНАТА, ВЫСОКОПРОТЕИНОВОГО И НИЗКОПРОТЕИНОВОГО МИКСОВ .....	45
5.6	ПРОЦЕДУРА ИССЛЕДОВАНИЯ КОЛИЧЕСТВА ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА В УСТАНОВКАХ ПО ПРОИЗВОДСТВУ ПРЕМИКСОВ И ДОБАВОК .....	52
5.7	ПРОЦЕДУРА ПРОВЕРКИ ТОЧНОСТИ ПРОИЗВОДСТВА КОМБИКОРМА С МИКРОТРЕЙСЕРАМИ .....	53
5.8	ПРОЦЕДУРА КОНТРОЛЯ ЗА ИЗМЕРЕНИЕМ ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОТРЕЙСЕРОВ ПУТЕМ ВЗВЕШИВАНИЯ .....	63
5.9	ПРОЦЕДУРА КОНТРОЛЯ ЗА ИЗМЕРЕНИЕМ ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА В ПРОИЗВОДСТВЕ КОРМА ДЛЯ ЖИВОТНЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТИЛВИОЛЕТА .....	65
<b>6</b>	<b>МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ОДНОРОДНОСТИ СУХИХ СМЕСЕЙ</b> .....	<b>66</b>

# 1 Вступление

## 1.1 Общая информация

Схема сертификации кормов GMP+ была инициирована и разработана в 1992 году участниками комбикормовой промышленности Голландии в ответ на различные более или менее серьезные инциденты, связанные с загрязнением сырьевых материалов. Хотя изначально данная схема и возникла в национальном масштабе, впоследствии GMP+ International в сотрудничестве с различными участниками мировой кормовой индустрии вывела ее на международный уровень.

Хотя схема Сертификации кормов GMP+ изначально была нацелена на обеспечение безопасности кормов, в 2013 г. был опубликован первый стандарт по обеспечению ответственности за безопасность кормов. С этой целью, было разработано два модуля: Схема обеспечения безопасности кормов GMP+ (сосредоточена на безопасности кормов) и схема Обеспечения ответственности за безопасность кормов GMP+ (сосредоточена на ответственности за безопасность кормов).

GMP+ Feed Safety Assurance является полноценным модулем, состоящего из стандартов для обеспечения безопасности кормов на всех звеньях цепочки производства и поставок. Очевидно, что обеспечение безопасности кормов, подтвержденное на практике и документально, служит своеобразной «лицензией» для сбыта продукции на многих мировых рынках, поэтому соответствие требованиям стандартов GMP+ FSA максимально этому способствуют. Исходя из практических потребностей, стандарты GMP+ FSA были дополнены многими проактивными компонентами, а именно, требования к системе менеджмента безопасности кормов, применение принципов HACCP, система прослеживаемости, мониторинга, программы предварительных условий, общеотраслевой подход и система раннего оповещения.

С развитием модуля GMP+ Feed Responsibility Assurance (Обеспечение ответственного кормопроизводства), GMP+ International отвечает на запросы участников своей схемы. Кормовой сектор сталкивается с требованиями касательно более ответственного производства. Это включает в себя, например, использование сои (в том числе производных сои и соевых продуктов) и рыбной муки, производство и сбыт которых осуществляются с заботой о людях, животных и окружающей среде. Для того чтобы продемонстрировать ответственное производство и торговлю, компания может пройти сертификацию по модулю Обеспечение ответственного кормопроизводства GMP+. Таким образом, с помощью независимой сертификации GMP+ International способствует выполнению текущих требований рынка.

Совместно с партнерскими организациями GMP+ International устанавливает прозрачные и четкие требования в рамках Feed Certification scheme. В свою очередь, сертификационные органы выполняют независимую сертификацию GMP+.

GMP+ International поддерживает участников GMP+, предоставляя им полезную и практическую информацию посредством ряда методических документов, баз данных, информационных бюллетеней, перечней в форме вопросов и ответов и семинаров на актуальные темы.

## 1.2 Структура схемы Сертификации кормов GMP+

Документы в рамках Схемы сертификации кормов GMP+ поделены на несколько серий. Ниже схематически показано содержание Схемы сертификации кормов GMP+:



Все эти документы доступны на веб-сайте GMP+ International ([www.gmpplus.org](http://www.gmpplus.org)).

Данный документ называется приложением GMP+ BA2 *Контроль остатков* и является частью схемы GMP+ FSA.

## 1.3 Сфера применения

В этом приложении изложены специфические требования касательно контроля остатков ряда ветеринарных препаратов и кормовых добавок.

- В Разделе 2 представлен ряд общих требований.
- В Разделе 3 перечислены граничные нормы ряда ветеринарных лекарственных препаратов и кормовых добавок. Данные граничные нормы не могут превышать.

Разъяснение

*Ветеринарные лекарственные препараты и кормовые добавки могут играть критически важную роль в случае наличия их остатков в молоке, мясе или яйцах, что нежелательно / неприемлемо. Уровень таких остатков в кормах должен контролироваться и не превышать определенные граничные нормы.*

- В Разделе 4 представлены дополнительные требования к контролю за такими опасными ветеринарными лекарственными препаратами и кормовыми добавками. Предоставляется несколько вариантов.
- В Разделе 5 данного приложения изложены несколько протоколов для измерения переходящего остатка установки для производства корма. При измерении процента переходящего остатка установок, средств и оборудования, применяется один из данных протоколов. Тем не менее, в случае если применимо соответствующее национальное законодательство касательно специфических методов измерения переходящего остатка, эти методы и их результаты также являются приемлемыми.

## 2 Вводная информация

1. Правильное использование кормовых добавок и ветеринарных лекарственных продуктов при производстве (комби-) кормов или премиксов является составляющей безопасности кормов и пищевых продуктов. Таким образом, стандарты GMP+ включают требования к контролю использования ветеринарных лекарственных препаратов и кормовых добавок, включая их остатки. Участник должен гарантировать, что:
  - a. правильные кормовые добавки и ветеринарные лекарственные препараты добавляются в правильном количестве в соответствующий корм;
  - b. (остатки) этих кормовых добавок и ветеринарных лекарственных препаратов отсутствуют во всех других кормах или, по крайней мере, не превышают максимально дозванных границ (так называемых лимитов) во всех этих остальных кормах.
2. Граничные нормы остатков, которые указываются в данном приложении, в основном базируются на требованиях законодательства ЕС. Данные лимиты остатков приняты в модуле GMP+ FSA. Любая компания, участвующая в схеме GMP+ FC, находящаяся в Европе или за ее пределами, должна – при необходимости – придерживаться указанных показателей остатков.

В целом, граничная норма остатка определенной кормовой добавки является процентом от общего объема, дозволенным в составе корма. В кормовом законодательстве ЕС граничные показатели остатков определены на основании факторов, изложенных в таблице ниже:

Кормовая добавка /	Максимальный процент (%)	Примечание
Кокцидиостатики	1	Для критически важного корма
	3	Для другого корма
Антибиотики	2.5	

Эти граничные нормы определены в таблице, указанной в Разделе 3. Также в таблице определены лимиты для ряда других веществ; расчет таких лимитов, в основном, произведен на основании «макс. 2.5%-фактора».

3. В законодательстве ЕС указаны граничные значения только для кормовых добавок, утвержденных в ЕС для применения в кормах. В других частях мира для употребления в качестве ветеринарных лекарственных препаратов или кормовых добавок разрешены к применению также и другие вещества (определенные кокцидиостатические «ветеринарные лекарственные препараты» или такие препараты, как Олаквиндокс (Olaquinox) и Карбадокс (Carbadox)). Граничные показатели остатков для таких препаратов должны рассчитываться на основании приведенных выше процентов. В таблице из Раздела 3 эти препараты должны приводиться в разделе «Другие вещества, для которых установлено время ожидания».

**Рекомендации**

«Другие вещества, для которых установлено время ожидания» - это препараты:

- которые намеренно добавляются в корм с целью повлиять на показатели продуктивности или здоровье животного,
- которые можно идентифицировать в продуктах животного происхождения (мясе, молоке или яйцах), и которые могут наносить вред при потреблении человеком, а также
- для которых, вследствие этого, было установлено время ожидания.

4. Применяемые законодательные требования к использованию кормовых добавок и ветеринарных лекарственных препаратов должны выполняться, включая требования к дозировке и маркировке. Если законодательно установлено другие требования касательно лимитов, нужно также выполнять и такие требования.

**Рекомендации**

Примите во внимание, что требования GMP+, в основном, базируются на законодательстве ЕС. Однако, это, например, не означает, что компании, расположенной вне Европы, не разрешается производить или перерабатывать кормовую добавку, не утвержденную в ЕС. Такую добавку можно производить или перерабатывать в соответствии с условиями GMP+ и системой, обеспечивающей возможность сертификации такого производства по стандартам GMP+. Тем не менее, такую кормовую добавку нельзя использовать в качестве кормовой добавки в кормах, предназначенных для рынка ЕС. Сертификат GMP+ не является лицензией на поставку в Европу.



### 3 Граничные значения для опасных остатков

В приведенной ниже таблице показаны граничные значения для критически важных остатков ряда кормовых добавок / ветеринарных лекарственных препаратов.

Кормовые добавки	Продукты, предназначенные для животного корма	Максимальный состав в мг/кг (м.д.) касательно корма с содержанием влаги 12%
Ласалоцид натрия (Lasalocid A sodium)	Кормовые материалы	1,25
	Комбикорма для:	1,25
	- собак, телят, кроликов, лошадей, молочных животных, несущихся птиц, индюшек (> 16 недель) и кур-несушек (> 16 недель);	1,25
	- кур на мясо, кур-несушек (< 16 недель) и индюшек (< 16 недель) в период до забоя, в которых запрещено использование ласалоцида натрия (Lasalocid A sodium) (корм выведения);	3,75
	- других видов животных;	1,25
	- фазанов, цесарок, перепелов и куропаток (за исключением несущихся птиц) в период до забоя, в которых запрещено использование ласалоцида натрия (корм выведения).	1,25
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение ласалоцида натрия.	( <sup>1</sup> )
Нарасин (Narasin)	Кормовые материалы	0,7
	Комбикорма для:	0,7
	- индюшек, кроликов, лошадей, несущихся птиц и кур-несушек (> 16 недель);	2,1
	- других видов животных.	( <sup>1</sup> )
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение нарасина.	( <sup>1</sup> )
Салиномицин натрия (Salinomycin sodium)	Кормовые материалы	0,7
	Комбикорма для:	0,7
	- лошадей, индюшек, несущихся птиц и кур-несушек (> 12 недель)	0,7
	- кур на мясо, кур-несушек (< 12 недель) и кроликов на мясо в период до забоя, в которых запрещено использование салиномицина натрия (корм выведения);	2,1
	- других видов животных.	( <sup>1</sup> )
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение салиномицина натрия.	( <sup>1</sup> )
Моненсина натрий (Monensin sodium)	Кормовые материалы	1,25

Кормовые добавки	Продукты, предназначенные для животного корма	Максимальный состав в мг/кг (м.д.) касательно корма с содержанием влаги 12%
	Комбикорма для:	
	- лошадей, собак, мелких жвачных животных (овец и воз), уток, жвачных животных, молочных животных, несущихся птиц, кур-несушек (> 16 недель) и индюшек (> 16 недель);	1,25
	- кур для мяса, кур-несушек (< 16 недель) и индюшек (< 16 недель) в период до забоя, в которых запрещено использование моненсина натрия (корм выведения);	1,25
	- других видов животных.	3,75
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение моненсина натрия.	( <sup>1</sup> )
Семдурамицин натрия (Semduramicin sodium)	Кормовые материалы	0,25
	Комбикорма для:	
	- несущихся птиц и кур-несушек (> 16 недель);	0,25
	- кур для мяса в период до забоя, в которых запрещено использование семдурамицина натрия (корм выведения);	0,25
- других видов животных.	0,75	
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение семдурамицина натрия.	( <sup>1</sup> )
Мадурамицин аммония альфа (Maduramicin ammonium alpha)	Кормовые материалы	0,05
	Комбикорма для:	
	- лошадей, кроликов, индюшек (> 16 недель), несущихся птиц и кур-несушек (> 16 недель);	0,05
	- кур для мяса и индюшек (< 16 недель) в период до забоя, в которых запрещено использование мадурамицина аммония альфа (корм выведения);	0,05
- других видов животных.	0,15	
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение мадурамицина аммония альфа.	( <sup>1</sup> )
Робендин гидрохлорид (Robenidine hydrochloride)	Кормовые материалы	0,7
	Комбикорма для:	
	- несущихся птиц и кур-несушек (> 16 недель);	0,7
	- кур для мяса, кроликов для мяса и для разведения, и индюшек в период до забоя, в которых запрещено использование робенидина гидрохлорида (корм выведения);	0,7
- других видов животных.	2,1	
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение робенидина гидрохлорида.	( <sup>1</sup> )

Кормовые добавки	Продукты, предназначенные для животного корма	Максимальный состав в мг/кг (м.д.) касательно корма с содержанием влаги 12%
Декокинат (Decoquinat)	Кормовые материалы	0,4
	Комбикорма для: - несущихся птиц и кур-несушек (> 16 недель); - кур для мяса в период до забоя, в которых запрещено использование декокината (корм выведения); - других видов животных.	0,4
		0,4
		1,2
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение декокината.	( <sup>1</sup> )
Галуфугинон гидробромида (Halofuginone hydrobromide)	Кормовые материалы	0,03
	Комбикорма для: - несущихся птиц, кур-несушек и индюшек (> 12 недель); - кур для мяса и индеек (< 12 недель) в период до забоя, в которых запрещено использование галуфугинона гидробромида (корм выведения); - других видов животных.	0,03
		0,03
		0,09
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение галуфугинона гидробромида.	( <sup>1</sup> )
Никарбазин (Nicarbazin)	Кормовые материалы	1,25
	Комбикорма для: - лошадей, несущихся птиц и кур-несушек (> 16 недель); - других видов животных.	1,25
		3,75
		( <sup>1</sup> )
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение никарбазина (в комбинации с нарасином).	( <sup>1</sup> )
Диклазурил (Diclazuril)	Кормовые материалы	0,01
	Комбикорма для: - несущихся птиц, кур-несушек (> 16 недель); - кроликов для мяса и разведения в период до забоя, в которых запрещено использование диклазурила (корм выведения); - других видов животных, кроме кур-несушек (< 16 недель), кур для мяса, цесарок и индюшек для мяса.	0,01
		0,01
		0,03
	Премиксы для использования в кормах, в которых не разрешено применение диклазурила.	( <sup>1</sup> )

Кормовые добавки	Продукты, предназначенные для животного корма	Максимальный состав в мг/кг (м.д.) касательно корма с содержанием влаги 12%
	Примечание: <ul style="list-style-type: none"> <li>• куры для мяса: корм, который дается этим курам, за 5 дней до забоя;</li> <li>• индюшки для мяса: корм, который дается этим индюшкам, за 5 дней до забоя;</li> <li>• свиньи: корм, который дается этим свиньям, за 28 дней до забоя.</li> </ul>	
Для других кокцидиостатиков	Для всех кормов	1% от максимального состава, разрешенного к смешиванию в кормах.
Ветеринарные лекарственные препараты	Продукты, предназначенные для животного корма	Максимальный состав в мг/кг (м.д.) касательно корма с содержанием влаги 12%
Сульфадиазин натрия (Sulfadiazine sodium)	Комбикорма для: <ul style="list-style-type: none"> <li>- несущихся птиц;</li> <li>- кур для мяса и индюшек для мяса;</li> <li>- свиней;</li> <li>- молочных животных.</li> </ul>	5 8 1 1
Сульфаметоксазол (Sulfamethoxazole)	Комбикорма для: <ul style="list-style-type: none"> <li>- несущихся птиц;</li> <li>- кур для мяса и индюшек для мяса;</li> <li>- свиней;</li> <li>- молочных животных.</li> </ul>	5 8 1 1
Доксициклин (Doxycycline)	Комбикорма для: <ul style="list-style-type: none"> <li>- несущихся птиц;</li> <li>- кур для мяса и индюшек для мяса;</li> <li>- свиней;</li> <li>- молочных животных.</li> </ul>	8 8 10 1 партия <sup>2</sup>
Окситетрациклин (Oxytetracycline)	Комбикорма для: <ul style="list-style-type: none"> <li>- несущихся птиц;</li> <li>- кур для мяса и индюшек для мяса;</li> <li>- свиней;</li> <li>- молочных животных.</li> </ul>	1 10 10 1 партия <sup>2</sup>
Ивермектин (Ivermectine)	Комбикорма для: <ul style="list-style-type: none"> <li>- несущихся птиц;</li> <li>- кур для мяса и индюшек для мяса;</li> <li>- свиней;</li> <li>- молочных животных.</li> </ul>	0,1 0,1 0,1 1 партия <sup>2</sup>
Тиамулин (Tiamuline)	Комбикорма для: <ul style="list-style-type: none"> <li>- несущихся птиц;</li> <li>- кур для мяса и индюшек для мяса;</li> <li>- свиней;</li> <li>- молочных животных.</li> </ul>	1 8 10 1 партия <sup>2</sup>

Ветеринарные лекарственные препараты	Продукты, предназначенные для животного корма	Максимальный состав в мг/кг (м.д.) касательно корма с содержанием влаги 12%
Тилмикозин (Tilmicosine)	Комбикорма для: - несущихся птиц; - кур для мяса и индюшек для мяса; - свиней; - молочных животных.	1 4 10 1 партия <sup>2</sup>
Триметоприм (Trimethoprim)	Комбикорма для: - несущихся птиц; - кур для мяса и индюшек для мяса; - свиней; - молочных животных.	Вместе с сульфадиазином и, вследствие этого, достаточно гарантировано.
Другие кормовые добавки / ветеринарные лекарственные препараты	Продукты, предназначенные для животного корма	Максимальный состав в мг/кг (м.д.) касательно корма с содержанием влаги 12%
Другие вещества, для которых установлено время ожидания <sup>3</sup>	Все другие корма для животных, производящие продукты животного происхождения: - курицы-несушки; - молочные коровы, козы, овцы и т.п.; - куры на мясо и индюшки на мясо (корм, который им дается за 5 дней до забоя); - свиньи (корм, который им дается за 28 дней до забоя).	1

- (1) Максимальный уровень веществ в премиксах является концентрацией, которая не должна приводить к уровню вещества выше 50% максимально разрешенных уровней веществ в кормах, при соответствии рекомендациям по использованию премиксов.
- (2) Корм для молочных коров нельзя сразу же производить на производственных линиях, на которых только что осуществлялось производство, в котором задействованы данные добавки / препараты.
- (3) Например: флубендазол (Flubendazol), карбадокс (Carbadox), олаквинокс (Olaquinox).

## 4 Дополнительные требования к контролю остатков

### 4.1 Общие требования / установки для производства корма

Компания может применить несколько контрольных мер с целью обеспечения того, что остатки опасных кормовых добавок и ветеринарных лекарственных препаратов не превышают установленные граничные значения, изложенные в таблице из Раздела 3.

#### Рекомендации

##### Подумайте о:

- не использовании любых кормовых добавок или добавок с граничными значениями остатков вообще;
- разграничении мест использования кормовых добавок / медицинских препаратов, и мест, где они не используются;
- разделении производственного оборудования и внутренних транспортных средств (с или без опасных кормовых добавок / ветеринарных лекарственных препаратов) в пределах определенного места;
- выборе менее опасных кормовых добавок или ветеринарных лекарственных препаратов;
- транспортировке первых 50-100 кг произведенного корма (после корма с добавлением лекарственных препаратов) в контейнерах для повторной переработки;
- использовании специального оборудования (внутреннего транспорта, миксера, фильтра);
- надлежащей обработке и чистке оборудования;
- дозировке ветеринарных лекарственных препаратов в миксере или в оборудовании для приготовления смесей;
- использовании фиксированной последовательности дозировки микрокомпонентов;
- использовании коротких маршрутов транспортировки / использования надлежащего времени простоя;
- предотвращении появления мест, где могут оставаться продукты;
- соответствии строгой последовательности производственных операций / промывки. См. детально п. 4.2.

Во всех стандартах GMP+ указано, что контрольные меры подлежат валидации и их эффективность должна проверяться с надлежащей периодичностью («принципы НАССР»). Это включает контрольные меры для контроля остатков.

При использовании конкретной последовательности производственных операций для контроля за соответствием граничных норм остатков, необходимо специальная валидация и проверка. См. Раздел 4.2.4.

Рекомендации

*Валидация: Осуществляется в соответствии с общепринятыми принципами HACCP. Заявитель должен быть уверен, что применение определенной контрольной меры принесет ожидаемый результат (= отсутствие остатков или, по крайней мере, не превышающее норм наличие остатков). В данной ситуации очень помогут результаты аналитических исследований. После каждого существенного изменения, примененные контрольные меры должны пересматриваться и – при необходимости – обновлены и утверждены.*

*Проверка: Время от времени должна проводиться проверка, если примененная контрольная мера все еще приносит ожидаемый результат (= отсутствие остатков или соблюдение граничных значений).*

## 4.2 Контроль остатков посредством соблюдения последовательности производственных операций

### 4.2.1 Общие положения

Очень распространенным методом контроля за уровнем остатков является промывка производственных установок после или при использовании кормовой добавки, т.е. «очистка» производственных установок.

При использовании данного метода, должна просчитываться и применяться строгая последовательность производственных операций, при достаточном количестве емкостей для промывки, чтобы обеспечить соблюдение граничных значений остатков.

В случае, если для промывки после производства лечебного корма или корма с кокцидиостатиками используется корм, следует удостовериться, что уровень остатков ветеринарных лекарственных препаратов или кормовых добавок в данном корме не превышает граничных норм.

В случае если для промывки используется кормовой материал, он впоследствии должен использоваться или перерабатываться очень осторожно. Анализ рисков должен подтвердить правильное использование данного кормового материала. Этот кормовой материал может использоваться в корме с тем же кокцидиостатиком или антибиотиком. Он также может быть утилизирован, как отходы.

Расчет, основанный на проценте переходящего остатка производственной установки, приводит к ожидаемым (расчетным) уровням остатков опасных кормовых добавок и ветеринарных лекарственных препаратов в последовательно производимых партиях, после партии, в которой компания употребляла опасную кормовую добавку или ветеринарный лекарственный препарат.

#### Примечание:

Максимальный уровень кормовой добавки / в премиксе является концентрацией, которая не должна приводить к уровню данной кормовой добавки / выше 50% от максимальных лимитов, установленных для корма, если выполняются инструкции по использованию премиксов.

#### Рекомендации

*Например: Максимально допустимое значение остатка кормовой добавки для корма составляет 1 м.д. Максимальный состав премиксов в корме не должен превышать 0,5 м.д. (50%). В случае если согласно инструкции, концентрация премиксов в корме должна быть на уровне 5%, то максимально допустимое значение остатка для премиксов составляет 10 м.д.*

Также у таких кормовых добавок, как свинец и цинк есть максимальные граничные значения, которые нельзя превышать. См. стандарт GMP+ BA1. Убедитесь, что данные нормы не превышаются.



#### 4.2.2 Процент переходящего остатка на производственных установках

##### 4.2.2.1 *Общие положения*

Процедура тестирования изложена в Разделе 5 данного приложения, должна применяться для измерения процента переходящего остатка на производственных установках. Любое производство, переработка и места расположения транспортировка на предприятии, где может иметь место переходящий остаток, должны проверяться. См. детально Раздел 5.

##### 4.2.2.2 *Частота*

Минимальная частота измерения переходящего остатка на производстве и в местах расположения транспорта зависит от (кормов и премиксов с) кормовыми добавками и ветеринарными лекарственными препаратами, перерабатываемых заявителем, и от того, перерабатывает ли он корма, для которых установлены лимиты по остаткам.

В случае, если заявитель перерабатывает или транспортирует (кормосодержащие) продукты, для которых в таблице из Раздела 3 установлены специальные граничные значения остатков, должен быть известен процент переходящего остатка для производственных линий, на которых перерабатываются, производятся или транспортируются такие продукты. В случае, если у заявителя есть такие производственные линии, он должен производить измерения переходящего остатка, по крайней мере, раз в два года.

При переработке или транспортировке любых других продуктов, в которых могут быть остатки продуктов животного происхождения, участник должен осуществлять измерения переходящего остатка по крайней мере один раз.

Переходящий остаток должен повторно измеряться в случае значительных изменений производственной установки.

#### 4.2.3 Коэффициент безопасности

Фактические технологические свойства опасной кормовой добавки или ветеринарного лекарственного препарата могут отличаться от маркерных элементов, используемых при измерениях процента переходящего остатка одним из методов, изложенных в Разделе 5.

Для больших гарантий, что реальные уровни остатков не превышают расчетных (ожидаемых) уровней остатков, при порядке производства компания может использовать расчет так называемого коэффициента безопасности. При использовании коэффициента безопасности в осуществлении расчетов, компания может занижать частоту контрольную проверок. См. пункт 4.2.4.

По умолчанию следует использовать коэффициент безопасности "3". Тем не менее, в таблицах, приведенных в пункте 4.2.5 для ряда опасных кормовых добавок и ветеринарных лекарственных препаратов указаны другие коэффициенты безопасности.

**Рекомендации**

*Эти коэффициенты безопасности определяются на основании так называемого относительного коэффициента сцепления стенки, измеряемого при проведении специально разработанного теста. В случае, если компания желает использовать данный тест для определения относительного коэффициента сцепления стенки, она может связаться с GMP+ International.*

4.2.4 Валидация и периодическая проверка («мониторинг»).**4.2.4.1 Валидация**

Любая расчетная последовательность производственных операций должна быть должным образом утверждена для подтверждения эффективности осуществляемого контроля за уровнями остатков. Должен быть осуществлен забор и проверка, по крайней мере, 2 образцов.

В случае повторного измерения переходящего остатка и перерасчета последовательности производственных операций, должно производиться повторная валидация.

**4.2.4.2 Проверка (верификация)**

Для подтверждения эффективности используемой последовательности производственных операций компания должна осуществлять мониторинг путем анализа уровня остатков в соответствующих кормах:

- a) в случае не использования коэффициента безопасности при осуществлении калькуляции последовательности производственных действий: 4 образца в год;
- b) при использовании коэффициента безопасности при осуществлении калькуляции последовательности производственных действий: 2 образца в год.

**Рекомендации**

*Здесь у компании есть выбор. В случае использования коэффициента безопасности, минимально необходимая частота проверок в год меньше.*

Проверка должна осуществляться путем анализа уровня остатков конкретного ветеринарного лекарственного препарата или кормовой добавки. При превышении уровней использования ветеринарных лекарственных препаратов или кормовых добавок при производстве, соответствующие препараты или добавки с наивысшим коэффициентом безопасности должны подвергаться анализу в процессе проверки.

Анализ должен осуществляться аккредитованной лабораторией (см. GMP+ ВА10). Предел обнаружения используемого метода должен быть надлежащим для определения достаточности установленной системы последовательности производственных операций.

4.2.5 Дополнительная информация о коэффициенте безопасности

**Таблица 1: Дополнительная информация о коэффициенте безопасности для некоторых кокцидиостатиков и гистомоностатиков, тестирование которых проводилось с помощью, так называемого, теста сцепления стенки.**

Наименование	Производитель	Коэффициент безопасности	
		Свиньи	Другие
<b>Смесь нарасина (Narasin) и никарбазина (Nicarbazine)</b>			
Максибан 160 (Maxiban G 160) премикс	Eli Lilly (Эли Лилли)	3	1
<b>Ласалоксид натрия (Lasalocid sodium)</b>			
Аватек 15% (Avatec 15% CC)	Roche (Рош)	1	1
<b>Робенидин гидрохлорид (Robenidine-hydrochloride)</b>			
Цикостат 66G (Cycostat 66G)	Roche (Рош)	1	1
<b>Моненсин натрия (Monensin-sodium)</b>			
Еланкобан 200 (Elancoban G200) премикс	Eli Lilly (Эли Лилли)	1	1
Коксидин (Coxidin) (5 1 701)	Huvepharma (Хювефарма)	1	1
<b>Нарасин (Narasin)</b>			
Монтебан 100 (Monteban G100) ремикс	Eli Lilly (Эли Лилли)	1	1
<b>Галофугинон гидробромин (Halofuginone-hydrobromine) (764)</b>			
Стенорол (Stenorol)	Huvepharma (Хювефарма)	1	1
<b>Диклазурил (Diclazuril)</b>			
Клинакок 0,5% (Clinacox 0.5%) премикс	Janssen Pharmaceutica N.V. (Янссен Фармацевтика Н.В.)	2	2
<b>Салиномицин натрия (Salinomycin-sodium)</b>			
Сакок 120 микрогранулы (Sacox 120 microGranulate)	Huvepharma (Хювефарма)	1	1
Кокцисан 12% (Kocisan 12%)	KRKA (КРКА)	1	1

**Таблица 2: Дополнительная информация о коэффициенте безопасности для некоторых премиксов с лекарственными препаратами, тестирование которых проводилось с помощью, так называемого, теста сцепления стенки**

Наименование	Производитель / импортер	Коэффициент безопасности	
		Свиньи	Другие
<b>Доксициклингиклат / бромгексин гидрохлорид (Doxycyclinehyclaat / broomhexinehydrochloride)</b>			
Кормовой премикс Докси-Б (Feedmix Doxy-B)	Dopharma Research B.V. (Дофарма Рисерч Б.В.)	2,5	2,5
Пулмодокс 5% премикс (Pulmodox 5% Premix)	Virbac Laboratories (Вирбак Лабораториз)	2,5	2,5
Доксипрекс (Дохурпех)	Industrial Veterinaria S. A. (Индастриал Ветеринария С.А.)	2,5	2,5
<b>Сульфадизин натрий / Триметоприм (Sulfadiazinenatrium / Trimethoprim)</b>			
Кормовой премикс Трим/сул 80/420 (Feedmix Trim/sul 80/420)	Aesculaap B.V. (Эскулап Б.В.)	3	3
Триметосульф премикс (Trimethosulf premix)	Eurovet Animal Health B.V. (Евровет Энимал Хелс Б.В.)	3	2
Кормовой премикс сульфатрим (Feedmix sulfatrim)	Dopharma Research B.V. (Дофарма Рисерч Б.В.)	3	3
<b>Сульфаметоксазол / Триметоприм (Sulfamethoxazol / Trimethoprim)</b>			
Кормовой премикс ТС (Feedmix TS)	Dopharma Research B.V. (Дофарма Рисерч Б.В.)	3	3
Ветмулин 10% премикс для лечебных кормов (Vetmulin 10%)	Huverpharma N.V. (Хювефарма Н.В.)	1	1
<b>Тилмикозин фосфат (Tilmicosinefosfaat)</b>			
Тилмовет 10% (Tilmovet 10%), премикс для лечебных кормов для свиней	Huverpharma N.V. (Хювефарма Н.В.)	1	1
Тилмовет 4% (Tilmovet 4%)	Huverpharma N.V. (Хювефарма Н.В.)	1	1
Тилмовет 20% (Tilmovet 20%), премикс для лечебных кормов для свиней	Huverpharma N.V. (Хювефарма Н.В.)	1	1
<b>Тилозин фосфат (Tylosinefosfaat)</b>			
Фармазин 20 мг/г (Pharmasin 20 mg/g), премикс	Huverpharma N.V. (Хювефарма Н.В.)	1	1
Фармазин 100 мг/г (Pharmasin 100mg/g), премикс для	Huverpharma N.V. (Хювефарма Н.В.)	1	1

Наименование	Производитель / импортер	Коэффициент безопасности	
		Свиньи	Другие
лечебных кормов для свиней, кур на мясо и кур-несушек			
Фармазин 250 мг/г (Pharmasin 250mg/g), премикс для лечебных кормов для свиней, кур на мясо и кур-несушек	Huvepharma N.V. Хюефарма Н.В.)	1	1
Флубендазол (Flubendazol) (различные миксы)		3	3
Ивермектин (Ivermectine)		3	3

## 5 МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА

### 5.1 Введение

Для измерения переходящего остатка, участник должен пользоваться протоколами, которые изложены в этой части приложения.

Отчет о результатах проверки переходящего остатка должен составляться в соответствии с изложенными условиями. Ниже приведено описание методов. (См. Раздел 2, пункт «Отчет о результатах проверки»).

Примечание.

Компаниям разрешается отклоняться от приведенного метода, при условии, если сохраняется соответствие принципу и демонстрируется достижение соразмерных результатов.

В некоторых странах законодательно закреплены специфические требования к измерению переходящего остатка. Результаты этих измерений принимаются, при условии соответствия требованиям GMP+.

## 5.2 Общие основополагающие принципы касательно измерения переходящего остатка

При измерении переходящего остатка добавок на производственной установке, нужно осуществлять предварительное исследование с использованием схемы и фактической ситуации на заводе и конкретных частей завода, которые могут быть связаны с переходящим остатком.

Основополагающий принцип определения переходящего остатка в компании состоит в том, что уровень переходящего остатка из внутренних возвратов известен и контролируется.

### Переходящий остаток

Переходящий остаток на заводе (по производству комбикормов) может присутствовать в таких процессах.

#### 1. **Наполнение силосов премиксом**

Наполнение силосов премиксом может быть причиной переходящего остатка. Схема может использоваться, чтобы выяснить, если ли причины полагать, что присутствует переходящий остаток. Критическими точками являются общие в использовании системы транспортировки, желоба, разделительные системы и фильтры.

В механическом транспорте, таком как транспорт для перевозки массовых грузов, элеваторы и винтовые транспортеры, всегда присутствует переходящий остаток, и разумно измерять такой переходящий остаток. Также следует принимать во внимание достаточно длительные периоды простоя / время ожидания (10 минут).

При использовании метода пневматического наполнения с отдельными фильтрами для каждого силоса, переходящий остаток учитывать не нужно. В случае наличия общего фильтра, фильтр должен, хотя бы 10 минут после разгрузки, вытряхиваться в тот же силос, который наполнялся.

Должна существовать инструкция по выгрузке, чтобы не происходило нежелательное смешивание.

В таком случае, нужно убедиться в том, что больше нет недопустимого уровня остатков.

#### 2. **Линия дозировки, помола и смешивания**

Самый большой переходящий остаток добавок и ветеринарных лекарственных препаратов случается в процессе дозировки (добавки добавок или ветеринарных лекарственных препаратов) / (возможно, помола) / смешивания / транспортировки и хранения продукта в виде муки в контейнере с готовым продуктом или контейнере с прессованной мукой.

Место, где добавляются премиксы, должно быть как можно ближе к миксеру.

Важно, чтобы отмерянное вещество добавлялось в том же месте, где добавляются добавки или ветеринарный лекарственный препарат.

### 3. Прессовальная линия

Значительное количество переходящего остатка находится на прессовальной линии. Количество переходящего остатка увеличивается с увеличением пресс-форм. К тому же, источником переходящего остатка могут быть промежуточные бункера, в которых хранятся запасы.

Следует обратить внимание на внутренние возвраты, когда попадание осуществляется непосредственно в силос с прессованной мукой во время брикетирования.

### 4. Погрузка и транспортировка

Во время хранения, погрузки и транспортировки готовой продукции переходящий остаток важен только для особо опасных добавок и ветеринарных лекарственных препаратов (например, никарбазина и сульфатных ветеринарных лекарственных препаратов). В таких случаях, нужно придерживаться обязательной последовательности действий.

Следует обратить внимание на переработку просева из насыпного груза. Возможная переработка такого просева должна, по крайней мере, соответствовать кормовому законодательству и должна, таким образом, осуществляться осторожно и под контролем. Любой просев лекарственного корма не подлежит повторной переработке.

В случае ожидаемого нежелательного переходящего остатка опасных добавок и ветеринарных лекарственных препаратов, компания может принять следующие меры:

1. Установить обязательную последовательность производственных (рабочих) операций.
2. Дополнительные меры в случае изменения продуктов.
3. Производить корма с опасными добавками и ветеринарными лекарственными препаратами на другой линии.
4. Перейти на использование менее опасных веществ.

#### Контрольные точки для переходящего остатка

Основными причинами переходящего остатка являются линия дозировки / помола / смешивания и прессовальная линия. Нужно говорить о наличии переходящего остатка, если на этих линиях производятся как корма с опасными добавками и ветеринарными лекарственными препаратами, так и корма с максимальным уровнем переходящего остатка. Для налаживания надежного процесса, необходимо принимать во внимание такие важные контрольные точки:

После миксера, но как можно ближе к миксеру для измерения выходного объема в миксере:

- a. на входе в контейнер с прессованной мукой при производстве зерна или контейнера с готовым продуктом при производстве муки, для измерения переходящего остатка на линии дозировки / помола / смешивания;



- b. на входе в контейнер с готовым продуктом при производстве зерна для измерения переходящего остатка на прессовальной линии.

Переходящий остаток, определенный таким образом, считается переходящим остатком производственной установки.

#### Возможные вещества для измерения

Для надежности важно правильно выбрать вещество для измерения, которое также может быть надлежащим образом проанализировано в небольших количествах. Разрешены к использованию такие вещества для измерения. Делается также примечание по поводу того, какой уровень точности этих веществ при определении переходящего остатка на производственной установке.

Метод	Пункт	Точность проверки нижнего лимита <sup>1</sup> переходящего остатка в % <sup>1)</sup>
Кобальт хлорид 100 м.д.	2.2 5.4	1
Кобальт сульфат		
- 100 м.д.	2.3.1 5.4.1	1
- 50 м.д.	2.3.2 4.2.1	3
- 25 м.д.	2.3.3 4.2.2	5
Белок / манганат	2.4 5.5	См. Таблицу в п. 5.5
FSS-Lake 100 м.д.	2.6 5.7	1
F-Lake 100 м.д.	2.6 5.7	1
FSS-Lake 10 м.д.	2.6 5.7	1
Микротрейсеры RF (путем взвешивания)	2.7 5.8	1
Метилвиолет	2.8 5.9	1

<sup>1)</sup> Пункт 5.6 включает метод для измерения переходящего остатка для системы производства премиксов и кормовых добавок.

#### Отчет о результатах проверки

Хороший отчет о результатах проверки важен для четкого применения результатов при определении мер и при обеспечении их надлежащего применения. Он может быть составлен на основании хорошо продуманного и корректно составленного протокола, который заранее прошел обсуждение с теми, кто будет его применять, и процедуры четкого применения данного протокола. В отчете должны быть изложены, по крайней мере, такие детали:

1. Дата.
2. Ответственный за проверку переходящего остатка.
3. Описание используемого метода.
4. План производства с указанием:
  - a. линий помола, смешивания и прессования, которые подлежат проверке;
  - b. места, где осуществляется добавление проверяемого вещества;
  - c. точки забора образцов.

<sup>1</sup> Нижний лимит переходящего остатка является процентом переходящего остатка, при котором, с помощью применяемого метода, может быть сделано достоверное утверждение. В случае если процент переходящего остатка ниже, тогда, по крайней мере, следует использовать указанный здесь процент переходящего остатка.

5. Количество и размер образцов.
6. Временные интервалы при заборе проб.
7. Результаты проведенного анализа.
8. Надлежащий расчет переходящего остатка.
9. Любые действия с образцами до анализа, а именно: помол, гомогенизация, расщепление / разделение и смешивание / совмещение.

#### Новые вещества для измерения переходящего остатка

Новые вещества для измерения переходящего остатка принимаются на основании исследований, после утверждения выбранного референтного метода (метод с использованием кобальта). Валидационный отчет должен содержать, по крайней мере, такие данные:

- a. Имя / наименование и адрес заявителя и проверяющей компании.
- b. Мотивационную часть / описание проблемы.
- c. Характеристики касательно:
  1. Кормовой производственной установки, подлежащей использованию (включая миксер / прессовальную установку / кулер).
  2. Референтных веществ для проведения измерений и веществ, подлежащих проверке.
  3. Плана забора образцов для образцов, которые будут браться из разных партий промывки.
  4. Подготовки образцов в лаборатории.
  5. Используемых методов анализа.
  6. Используемых статистических методов.
- d. Результаты анализа.
- e. Статистической обработки результатов анализа.
- f. Заключение.
- g. Ссылки.

Отчет может подаваться для оценки экспертным советом GMP+ International.

### 5.3 Обеспечение контроля точности измерений с использованием кобальта (референтный метод)

#### 1. СФЕРА ПРИМЕНЕНИЯ

Этот процесс тестирования или метод для определения гомогенности муки и зерна могут использоваться в комбикормовых компаниях для обычных премиксов или миксов из молотого комбикормового материал.

Этот метод может также использоваться для обнаружения переходящего остатка, присутствующего в комбикормовом материале.

#### 2. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Производственная установка: Производственная установка – это установка, которая подходит для подготовки комбикормов.

Кобальтовый микс: Кобальтовый микс – это смесь пшеничной крупы и гексагидрата хлорид кобальта в таких пропорциях, что минимальное содержание кобальта в кобальтовом миксе составляет 5%, а максимальное – 6%, и готовится в соответствии с применяемым стандартом рабочих инструкций, являющихся частью §17 данной процедуры проверки.

#### 3. ПРИНЦИП

При контроле за определением уровня гомогенности мучных миксов при подготовке комбикормов используется кобальтовый микс, который, с учетом его свойств, может заменить обычные комбикормовые добавки.

Процедура контроля включает в себя обработку трех партий того же кормового микса. Первая партия first batch смывается с производственной установки и служит для определения «естественного» уровня кобальта в исследуемом корме. Кобальтовый микс (см. пункт 2) добавляется во вторую партию. Определяется содержание кобальта в образцах муки и зерновых из второй партии. Третья производимая партия состоит из чистого корма без кобальтового микса. Определяется также уровень кобальта в образцах муки и зерна из данной партии. Этот уровень отображает состояние переходящего остатка, присутствующего на производственной установке.

Содержание кобальта в отобранных образцах определяется посредством атомной абсорбционной спектрометрии (ААС) после термического разрушения анализируемого образца при 550 градусах по Цельсию.

#### 4. ОБОРУДОВАНИЕ И ИНСТРУМЕНТЫ

Для осуществления контроля понадобятся:

- a. 110 пластиковых контейнеров с крышками, вместимостью 500 мл для хранения образцов муки и зерна;
- b. Пластиковая лопатка для забора образцов.

Указанное количество контейнеров необходимо, если образцы муки отбираются в одном месте производственной установки, образцы зерна – в другом месте. При осуществлении забора из разных мест, необходимо дополнительно 48 контейнеров емкостью 500 мл.

Нужна лаборатория, в которой смогут определить содержание кобальта посредством атомной абсорбционной спектрометрии. Нужно вовремя договариваться о времени с лабораторией, чтобы анализы были проведены вскоре после забора образцов.

## **5. НЕОБХОДИМАЯ ИНФОРМАЦИЯ О КОМПАНИИ**

Компания, на производстве которой будет осуществляться процедура контроля, должна заранее предоставить следующую информацию:

- a. блок-схему производственной установки, на которой может быть обозначено, где, в процессе применения, добавлялся кобальтовый микс и где осуществлялся забор образцов.

Следующая информация будет необходима в процессе контрольной процедуры:

- b. принт-скрины или из распечатки, показывающие:
  1. состав кормового микса;
  2. вес партии, запрошенный компьютером, и
  3. фактический вес партии

или, при отсутствии компьютеризации:

1. состав кормового микса;
2. расчетный вес в сумме определенного количества каждого из компонентов;
3. определенный фактический вес.

Следующая информация будет необходима для возможности рассчитать вес партии для миксера и зернового пресса:

- c. где и сколько в основной состав корма было добавлено мелассы, барды, а также других жидких ингредиентов и
- d. где и сколько в основной состав корма было добавлено жиров и т.д. Места добавления указанных веществ обозначаются на блок-диаграмме.

## **6. ДОБАВЛЕНИЕ КОБАЛЬТОВОГО МИКСА**

Кобальтовый микс (см. пункт 2) добавляется во вторую партию комбикорма с номинальным содержанием кобальта, как минимум 5% и максимум 6%.

Место добавления кобальтового микса зависит от пути измерения переходящего остатка (см. пункт 7.1). Место, выбранное для добавления и забора образцов, должно быть указано на блок-схеме производственной установки.

Добавьте объем кобальтового микса, соответствующий дозировке 2,0 кг на тонну комбикорма. Необходимый вес партии может быть рассчитан компьютером.

## **7. ЗАБОР И ОБРАБОТКА ОБРАЗЦОВ**

### 7.1 Образцы компании

#### 7.1.1 Забор образцов

Во время осуществления контроля, забор образцов комбикормовой компании производится в заранее согласованных местах:

- a. после миксера, но как можно ближе к миксеру (см. пункт 13.1);
- b. от точки входа до помещения готового продукта в силос, в случае производства муки или силос из прессованной муки;
- c. от точки входа до помещения готового продукта в силос, в случае производства зерна;
- d. в любой другой конечной точке для определения соответствующего пути переходящего остатка.

В случае если поток муки или зерна недотягиваем в желаемых точках, по согласованию с компанией следует сделать соответствующие отверстия.

#### **Производство муки**

Из первой партии осуществляется только забор образцов муки сразу на выходе из миксера, эти 10 образцов предназначены для определения содержания кобальта, и 4 образцов – для определения содержания жидкостей.

Из второй партии осуществляется забор 20 образцов муки (сразу на выходе из миксера), 20 образцов муки объемом 500 мл (от точки входа до помещения готового продукта в силос) и 4 образцов муки (от точки входа до помещения готового продукта в отсек) для определения содержания жидкости.

Из третьей партии осуществляется забор 20 образцов муки (сразу на выходе из миксера) и 20 образцов зерна объемом 500 мл (от точки входа до помещения готового продукт в отсек) для определения содержания кобальта и еще 4 образцов муки (сразу на выходе из миксера) и 4 образцов зерна (от точки входа до помещения готового продукта в отсек) для определения содержания жидкости.

#### **Производство зерна**

Из первой партии осуществляется забор только образцов муки сразу на выходе из миксера, эти 10 образцов предназначены для определения содержания кобальта, и еще 4 образцов – для определения содержания жидкостей.

Из второй партии осуществляется забор 20 образцов муки (сразу на выходе из миксера), 20 образцов зерна объемом 500 мл (от точки входа до помещения готового продукта в отсек) для определения содержания кобальта и еще 4 образцов муки (сразу на выходе из миксера) и 4 образцов зерна (от точки входа до помещения готового продукта в отсек) для определения содержания жидкости.

Из третьей партии осуществляется забор 20 образцов муки (сразу на выходе из миксера) и 20 образцов зерна объемом 500 мл (от точки входа до помещения готового продукт в отсек) для определения содержания кобальта и еще 4 образцов муки (сразу на выходе из миксера) и 4 образцов зерна (от точки входа до помещения готового продукта в отсек) для определения содержания жидкости.

В случае если необходимо разделение переходящего остатка для линии дозировки / помола / смешивания и прессовальной линии, то из второй и третьей партии осуществляется забор еще 20 образцов муки для определения содержания кобальта и 4 образцов муки для определения содержания жидкости от точки входа до помещения прессованной муки в силос. Метод работы идентичен с методом производства муки.

### **Контейнеры для хранения образцов**

На всех контейнерах для хранения образцов указывается код образца до начала производства первой партии корма. Когда начинается производство муки и/или зерна в исследуемой партии, осуществляется забор 20 образцов муки и 20 образцов зерна объемом 500 мл, по возможности, на протяжении всего времени производства партии. Контейнеры для образцов наполняются до краев во избежание, насколько это возможно, расслоения (в случае с образцами муки).

Примечание: Очень важно, чтобы образцы, забор которых осуществляется в разные моменты времени в процессе производства партии, были репрезентативными касательно партии в целом.

#### 7.1.2 Обработка образцов

Каждый образец муки и зерна перемалывается в соответствующем измельчителе. 90% полученного продукта должно просеяться через 1,00-мм сито и 50% – через 0.50 мм сито. Используйте сито с круглыми отверстиями. Не измельчайте образцы мельче, чем нужно, во избежание возможного нагрева измельчителя.

Сначала измельчите образцы муки и зерна из первой партии, а потом образцы из третьей партии (партии с переходящим остатком) и, наконец, образцы из второй партии. Таким образом, образцы будут измельчены в восходящей последовательности содержания в них кобальта.

После измельчения каждого образца очищайте измельчитель с помощью сжатого воздуха.

Очищайте измельчитель после каждых 24 последовательных образцов с помощью сжатого воздуха и, разобрав соответствующие детали, очистите с помощью не слишком мягкой щеточки / кисточки. Нельзя допустить переноса материала из предыдущей группы образцов.

Насколько возможно, обеспечьте однородность каждого помола, а потом поместите его назад в оригинальный контейнер.

### 7.1.3 Хранение образцов компании

Образцы компании, анализ которых не проведен в течении недели с момента забора, должны храниться в охлаждаемом помещении.

### 7.2 Исследование образцов

Передача образцов, подлежащих проверке и хранившихся в охлаждаемом помещении, к месту проверки осуществляется по крайней мере за 16 часов до начала такой проверки. Упаковку образцов в течение этого времени открывать нельзя (см. пункт 13.2). По истечении указанного периода времени, действуйте, как указано ниже.

Насколько возможно, гомогенизируйте смесь, подлежащую исследованию, в контейнере образца, перемешав ее ложкой или лопаточкой.

Возьмите из образцов компании 2 пробы для анализа, любого объема. Определите содержание кобальта для обоих образцов.

## **8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖИДКОСТИ**

Рабочий образец, взятый для определения содержания жидкости используется для взятия двух проб для анализа.

## **9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КОБАЛЬТА**

### 9.1 Принцип определения содержания кобальта

Определение содержания кобальта осуществляется посредством атомной абсорбционной спектроскопии (ААС) после тепловой деструкции пробы образца, измерение фильтром 240,7 нанометров, после введения данного раствора в пламя оборудования.

Можно создать калибровочную кривую с помощью ранее созданных решений и точно известным содержанием кобальта. Затухания, измеряемые в пробах для анализа переводятся в содержание кобальта. Содержание кобальта измеряется в м.д. долях на миллионных долях (м.д.).

Содержание кобальта, определенное для проб, исправляются для «естественного» содержания кобальта, определенного в пробах муки из первой производственной партии.

### 9.2 Стандартные образцы

Рабочей инструкцией для определения содержания кобальта посредством атомной абсорбционной спектроскопии предусмотрено включение стандартных образцов с известным содержанием кобальта в каждую серию проб для анализа. Такие стандартные образцы служат для проверки определенного содержания кобальта.

### 9.3 Нестандартные результаты

В случае если содержание кобальта в двух пробах для анализа из образцов компании отклоняются более, чем на 5% от средних измеренных величин, из образцов компании отбираются и проверяются две новых пробы для анализа (см. пункт 13.3).

## 10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

### 10.1 Нестандартные результаты

Результаты по содержанию кобальта в комбикорме из трех производственных партий оцениваются на предмет отклонений, поскольку это образцы компании, из которых было отобрано более двух проб. В таких случаях, из полученных результатов по образцам компании отбираются два результата с наименьшими расхождениями. Такие два результата впоследствии также включаются в расчеты. Это позволяет избежать вариационного анализа с неравной степенью свободы.

После добавления кобальтового микса в корм из второй партии, содержание кобальта в первых отобранных образцах будет ниже, чем в последующих образцах [2]. Причина в содержании переходящего остатка с голого пола, начиная с первой и до второй партии.

Этим нельзя пренебрегать при определении однородности корма из второй партии. Хотя статистически это и неточно, содержание кобальта в образцах из второй партии не оценивается, как нестандартное, как усредненные результаты, но все они используются для расчета эмпирического коэффициента вариации однородности. Тем не менее, то, о чем говорилось в первом предложении данного пункта, продолжает применяться. Тот факт, что разброс усредненных результатов на двадцать образцов не является «нормальным», а напротив, является небольшим искажением, игнорируется.

Противоположный эффект наблюдается в образцах из третьей партии корма. Теперь образцы показывают относительно высокое содержание кобальта, поскольку в переходящем остатке корма содержится кобальт, со второй по третью партии [2]. Как правило, разброс содержания кобальта в образцах из третьей партии значительно более искажен, чем из второй партии. Именно по этой причине, результаты по содержанию кобальта в образцах из третьей партии не проверяются на отклонения. Также в данном случае не производится расчет эмпирического коэффициента вариации для однородности, и достаточно составить график среднего содержания кобальта в образце в соотношении к количеству образцов. Насколько образцы являются соответственно репрезентативными для всей партии, что означает, что их забор был проведен должным образом в течении общего периода времени, средний переходящий остаток кобальта может быть рассчитан или в абсолютных значениях или в виде его процентного содержания во второй партии.



### 10.2 Пересчет на сухое вещество

Установленное содержание кобальта применяется к пробам для анализа или к операционным образцам с существующим содержанием жидкости (основа продукта). Для возможности далее работать с уровнями содержания кобальта, они должны быть пересчитаны в сухое вещество.

Используйте приведенную формулу для пересчета:

$$C = \frac{100}{100 - V} \times C1$$

Где

- C = содержание кобальта в основе сухого вещества в м.д.  
 V = содержание жидкости в группе задействованных операционных образцов в %  
 C1 = установленный уровень содержания кобальта в основе продукта в м.д.

Установленный уровень содержания кобальта будет снижаться за счет «естественного» уровня кобальта для сухого вещества на голом полу из первой партии.

Подкорректированные таким образом уровни содержания кобальта для сухого вещества будут использоваться в последующей обработке результатов.

### 10.3 Переходящий остаток

Переходящий остаток для производственной установки рассчитывается таким образом в соответствии с данной процедурой контроля на единицу измерения.

Средний уровень содержания кобальта для сухого вещества для образцов компании из третьей партии разделенный на средний уровень содержания кобальта для сухого вещества для образцов компании из второй партии. Умножив данную цифру на 100, можно узнать средний процент переходящего остатка.

### 10.4 Вариационный анализ

Установленные и откорректированные уровни содержания кобальта для сухого вещества образцов из второй партии используются в качестве элементов вариационного анализа. Анализ результатов для муки и зерна осуществляется отдельно.

При этом вариационном анализе различают такие источники вариаций:

- разница между повторениями из числа образцов компании, а также
- разница между средним значением выборки из одной группы образцов компании.

Результаты вариационного анализа:

- среднее отклонение между повторениями (или между образцами);
- среднее отклонение между средними значениями выборки (или между образцами);
- средний уровень содержания кобальта в анализируемом образце;
- средний уровень содержания кобальта в группе операционных образцов;
- степени свободы, ассоциируемые с каждым из средних отклонений.

Расчетные средние отклонения переводятся в эмпирические коэффициенты вариации путем умножения средних отклонений на 100, а потом деления произведения на средний уровень содержания кобальта в группе образцов компании. Эмпирический коэффициент вариации рассчитанный таким образом между образцами является мерой однородности, достигнутой в контрольной точке.

Такой пересчет необходим, так как среднее отклонение значительным образом зависит от уровня содержания кобальта в группах операционных образцов.

Арифметическое воплощение анализа вариации можно детально рассмотреть почти в каждом пособии по математической статистике. См., например, [1].

Уровни содержания кобальта в пробах для анализа из третьей партии показаны в графике напротив номера образца. Такие уровни содержания кобальта не подходят для анализа вариации, так как они могут разительно различаться и, как правило, в большинстве случаев не распространяются. Средний уровень содержания кобальта в третьей партии можно рассчитать, как указано в пункте 10.3.

## 11. ОТЧЕТНОСТЬ

В отчете указывается следующая информация для каждой группы образцов компании:

- a. среднее содержание жидкости для группы образцов компании (0,01%);
- b. среднее значения откорректированных установленных уровней кобальта для сухого вещества каждой из проб для анализа (0,1 м.д. при уровне содержания кобальта выше 10 м.д. и 0,01 м.д. при уровне содержания кобальта 10 м.д. или меньше);
- c. среднее значение откорректированных установленных уровней кобальта для групп образцов компании (0,1 м.д. при уровне содержания кобальта выше 10 м.д. и 0,01 м.д. при уровне содержания кобальта 10 м.д. или меньше);
- d. расчетный переходящий остаток для производственной установки в соответствии с процедурой контроля.

В отчете также предоставляются данные для каждой группы образцов компании с первой по вторую партии корма о следующем:

- a. среднее отклонение между повторениями (0,0001 м.д.);
- b. среднее отклонение между средними показателями для образцов (0,0001 м.д.);
- c. степени свободы, ассоциируемые с каждым из средних отклонений, как указано в п. 4 и 5;
- d. эмпирический коэффициент вариации между повторениями (0,01 %);
- e. эмпирический коэффициент вариации между средними показателями для образцов (0,01%).

## 12. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ

### 12.1 Воспроизводимость результатов измерения кобальта

Эмпирический коэффициент вариации между повторениями является мерой воспроизводимости результатов измерения кобальта, включая обработку образцов. Эмпирический коэффициент вариации между показателями повторения при надлежащим образом полученных результатах достигает 3-4% [2]. В случае если эмпирический коэффициент вариации превышает указанный процент, следует продолжить определение содержания кобальта.

Воспроизводимость (R) является показателем на 2,83 выше и, таким образом, приблизительно равна 8,5-11,3%. Это означает, что при применении результатов дважды тем же лаборантом с тем же оборудованием, в одном из 20 случаев обнаруживается разница между двумя результатами, которая больше показателя, указанного для воспроизводимости (R).

### 12.2 Однородность материала

Эмпирический коэффициент вариации между средними показателями для образцов является мерой однородности мучного микса или микса зерна, для исследования которых был осуществлен забор образцов компании.

Статистически, группа образцов компании не является гомогенной, если среднее отклонение между средними показателями для образцов превышает среднее отклонение между повторениями больше, чем представленный показатель (тест F). При очень незначительном среднем отклонении между повторениями, это приводит к неоднородности миксов, неоднородные микса, хотя пока нет никаких причин с технической точки зрения.

## 13. ПРИМЕЧАНИЯ:

### 13.1 Первая контрольная точка для забора образца

Кормовой микс не является однородным после дозировки различных компонентов. Даже после помола ингредиентов в молотковой зернодробилке, такая однородность относительна. Чаще, мелкозернистые ингредиенты пропускаются через молотковую зернодробилку прямо в миксер. Можно ожидать, что микс будет однородным только после первого перемешивания в миксере. Осуществлять забор образцов напрямую из миксера сложно, и это может быть опасно, и, конечно же, не рекомендуется. Нужно использовать точку забора образцов после выхода из миксера. В большинстве компаний эта точка устанавливается на выходе из бункера, под миксером.

### 13.2 Акклиматизация образцов компании

Образцы компании, которые не могут быть исследованы в короткие сроки, должны храниться в охлаждаемом помещении для предотвращения гниения. Эти образцы должны заблаговременно переноситься в помещение, в котором будут непосредственно проводиться исследования. Благодаря этому температура образцов компании сравняется с температурой лаборатории. Этот метод работы предотвращает конденсацию образцов из-за того, что температура воздуха в лаборатории выше. Из-за конденсации невозможно определить правильное содержание жидкости в образце. Неравномерное распределение конденсированной жидкости в образце приведет также к большему разбросу результатов содержания кобальта.

### 13.3 Нестандартные результаты содержания кобальта

В случае если два результата по содержанию кобальта в исследуемых образцах одной и той же компании отличаются больше, чем на 5%, нужно исследовать два дополнительных образца.

Эта процедура обычно приводит к исключению одного из четырех результатов. В дополнение к образцам компании с результатами двух исследуемых образцов, есть также образцы с двумя, а иногда с тремя неотклоняющимися результатами. Это делает применение анализа вариаций сложным. Статистики разработали методы расчета для замены более двух обоснованных результатов, которые одинаково относятся к вариации результатов.

Так как заключение о том, является ли образец однородным остается за технологическим согласованием лимита величины для эмпирического коэффициента вариации, было принято решение упростить метод.

Если один (или два) из трех или четырех результатов отличаются, такие результаты отклоняются.

В случае если остается три действительных варианта, используются два наименее отличающихся между собой результата. Таким образом, анализ вариации состоит из двух образцов компании, каждый с двумя повторами.

## **14. БЕЗОПАСНОСТЬ**

Процедура контроля, как правило, применяется на практике в комбикормовой компании.

К тем, кто осуществляет процедуру контроля, в комбикормовой компании, применяются такие правила безопасности:

- a. производственно-оперативный персонал должен ознакомиться с правилами безопасности, применяемыми к комбикормовой компании;
- b. во время их пребывания в комбикормовой компании, производственно-оперативный персонал обязан следовать правилам безопасности комбикормовой компании;
- c. во время добавления кобальтосодержащего премикса в основную массу корма, нужно носить защитные перчатки и респиратор, закрывающий нос.

## **15. ПЕРЕРАБОТКА КОБАЛЬТОСОДЕРЖАЩИХ КОМБИКОРМОВ**

Кобальтосодержащий микс добавляется во вторую партию корма, производимого для процедуры контроля при дозировке 2 кг на тонну корма. Таким образом, комбикорм будет содержать 100 м.д. кобальта. Такой корм хранится в небольшом отсеке и не подлежит продаже.

Рекомендуется разжижать кобальтосодержащий корм, чтобы концентрация кобальта в целевом корме, подлежащем продаже, не превышало 2 м.д. При этом, следует принимать во внимание уровень кобальта, уже содержащегося в сырьевых материалах.

В корме из третьей партии, как правило, содержится только незначительное количество кобальта. Так как количество переходящего остатка не известно заранее, следует принимать во внимание достаточно большие отклонения от уровня содержания кобальта в данном корме. Рекомендуется также хранить данный корм отдельно и разжижать его в достаточной степени.

В случае если комбикормовая компания не желает никаким образом использовать такой корм, его следует рассматривать, как химические отходы и перерабатывать и удалять их соответствующим образом.

#### 16. ЛИТЕРАТУРА

- a. Snedecor, G.W. and W.G. Cochran  
Statistical Methods  
6th Edition, 1969  
The Iowa State University Press, Ames, Iowa, U.S.A.
- b. Nieman, W., J. Hulshoff, A.J. Vooijs and H. Beumer  
De bestaande mate van kwaliteitszorg in de mengvoedersector  
Part II: Onderzoek naar de procesnauwkeurigheid bij de verwerking van toevoegingsmiddelen in drie pilotbedrijven met behulp van een kobalt-houdende premix.

#### 17. СТАНДАРТНЫЕ ИНСТРУКЦИИ ДЛЯ ПРИГОТОВЛЕНИЮ КОБАЛЬТОВОГО МИКСА

##### Введение

Кобальтовый микс для проведения процедуры контроля готовится в мокром виде из пшеничной крупы и гексагидрата хлорид кобальта. Это обеспечивает равномерное распределение кобальта в кобальтовом миксе и факт того, что кобальтовый микс по своим характеристикам значительно не отличается от комбикорма.

##### Ингредиенты:

- a. пшеничная крупа хорошего качества, основа;
- b. гексагидрат хлорид кобальта, минимум 99% чистоты;
- c. вода, по крайней мере, трубопроводного качества.

##### Оборудование

- a. смешивающее оборудование, подходящее для сухих и мокрых продуктов, например, миксер Nauta с дробилкой комочков;
- b. оборудование для распыления под прессом (сжатым воздухом);
- c. сушильное оборудование с искусственной вентиляцией;
- d. оборудование для помола, включая дробилку с высокой частотой вращения;
- e. оборудование для просеивания.

##### Меры безопасности

Работая с кобальтом, особенно при распылении, помоле и просеивании, следует использовать защиту для рта и носа, а также подходящие перчатки из синтетического материала.

##### Подготовка кобальтового микса

Взвешивается необходимое количество гексагидрата хлорид кобальта пшеничной крупы. Гексагидрат хлорид кобальта растворяется в воде, объем которой приблизительно вдвое больше. При необходимости, микс немного нагревается (максимально до 50°C) до получения чистого раствора. Раствор перекачивается в резервуар высокого давления оборудования для распыления. Взвешенная пшеничная крупа загружается в миксер, потом миксер запускается, а резервуар поддается высокому давлению (прибл. 2–2,5 бар). Трубка распылителя миксера открыта, чтобы раствор распылялся.

Как только распыление раствора гексагидрата хлорида кобальта полностью закончится, возможно за один или более последовательных шагов, в зависимости от объема резервуара, все оборудование, использованное трижды для приготовления кобальтового раствора и распыления, следует промыть необходимым количеством воды. Мокрый кобальтовый микс смешивается еще 15 минут.

После этого, микс максимально полностью извлекается из миксера и смесь просушивается в течение 24 часов при температуре прилб. 60°C.

Просушенный материал перемалывается высокооборотной дробилкой (например, мелкозернистой дробилкой) и просеивается, максимальное отверстие при просеивании – 500 мкм. Отходы просеивания можно повторно перемалывать и снова просеивать через то же сито.

Просеянное, добавляется к общей массе, смешивается до однородности в миксере и герметически закрывается, предпочтительно в объеме, необходимом для немедленного использования в процессе исследования (то есть, 2 кг/тонну).

На упаковке указывается:

- a. название продукта (кобальтовый микс);
- b. вес;
- c. дата производства, партия и номер отчета;
- d. номинальное содержание кобальта;
- e. порядковый номер упаковки в партии;
- f. меры предосторожности.

Следует принимать во внимание тот факт, что кобальтовый микс в некоторой степени гигроскопичен. Рекомендуется работать в сухой среде при минимальном подвержении воздуху.

#### Забор образцов и составление отчета

Во время упаковки кобальтового микса из каждой гомогенизированной партии осуществляется забор как минимум четырех образцов. Два из них используются для установления уровня влаги, один – для определения распределения частиц, и хотя бы один хранится в качестве резервного образца.

Отчет о кобальтовом миксе готовится таким образом, чтобы указывать следующее:

- a. происхождение и характеристики пшеничной крупы;
- b. происхождение и чистота гексагидрата хлорид кобальта;
- c. использованный объем основы, кобальтовой соли и воды;
- d. среднее содержание влаги в миксе после гомогенизации;
- e. расчетный уровень содержания кобальта в кобальтовом миксе;
- f. распределение частиц кобальта в кобальтовом миксе.

#### 5.4 Процедура исследования переходящего остатка в комбикормовых смесях с использованием кобальтовых миксов

В этом разделе описывается ряд альтернативных процедур для проводимых компанией исследований переходящего остатка с использованием кобальтового индикатора. Это упрощение референтного метода, описанного в Разделе 2.2.

С одной стороны, это процедура, при которой можно значительно уменьшить количество образцов для забора и исследования до строго необходимого количества для получения достоверных результатов содержания переходящего остатка. Это особенно снижает затраты на исследование. Компания, конечно, может осуществлять забор и анализ большего количества образцов, чтобы получить более детальные результаты касательно точности процесса производства на установке.

С другой стороны, задействованы две процедуры, в которых уровень содержания кобальта снижен вследствие данного фактора от 2 до 4 соответственно. Это ограничивает проблемы ответственной обработки партии корма, к которой был добавлено кобальт. При этом, он также ограничивает чувствительность данного метода. Очень низкий и относительно низкие уровни содержания переходящего остатка (< 3%, соотвт. < 5%) нельзя должным образом измерить с помощью данного метода.

Для проводимых компанией измерений переходящего остатка со сниженным уровнем содержания кобальта, можно использовать как референтный метод, указанный в разделе 2.2, так и упомянутую выше процедуру с использованием меньшего количества образцов.

Для процедур проверки, предусмотренных разделами 2.3.1 и 2.3.2, можно использовать микс на основе сульфата кобальта может использоваться вместо кобальтового микса, описанного в §17 раздела 2.2. Микс на основе сульфата кобальта следует готовить в соответствии со стандартными инструкциями, предусмотренными разделом 2.3.4.

##### 5.4.1 Модификации референтного метода с использованием кобальта для проводимых компанией исследований переходящего остатка, содержанием 1% и более в смесях комбикормов (с меньшим количеством образцов).

И референтный метод (см. раздел 2.2) и эта измененная процедура могут использоваться для измерения переходящего остатка на уровне 1% или более при подготовке смесей комбикормов. Важным, при этом, является минимальное содержание 5% кобальта в предназначенном для использования кобальтовом миксе и с последующим содержанием хотя бы 100 м.д. в кормовом миксе, в который добавляется кобальтовый микс.

Это описание указывает, где и в связи с чем, референтный метод (раздел 2.2) может быть модифицирован для проводимых компанией измерений переходящего остатка. Для упрощения, будет использоваться номер раздела 2.2. Не упомянутые части референтного метода, остаются неизменными в теории или подлежат только незначительным, очевидным изменениям.

## 1. СФЕРА ПРИМЕНЕНИЯ

Этот метод предназначен только для проводимых компанией измерений переходящего остатка.

## 2. ОБОРУДОВАНИЕ И ИНСТРУМЕНТЫ

Необходимо, как минимум, 46 пластиковых контейнеров объемом 50 мл с крышкой или пластиковые пакеты для образцов объемом 1 литр.

## 3. ОТБОР И ОБРАБОТКА ОБРАЗЦОВ

### 3.1 Отбор образцов

При отборе образцов, при чем часть процесса отбора образцов и/или из последующей обработки является произвольной, если есть желание получить более детальные результаты, используется следующая схема.

- a. После первой партии (без добавления кобальта):
  1. как минимум, 4 образца из выбранной контрольной точки для определения переходящего остатка. Предпочтительно после кулера для определения естественного уровня кобальта в корме (КАС1 – КАС4);
  2. как минимум, 4 образца из той самой контрольной точки для определения уровня влаги (VAC1 – VAC4).
- b. После второй партии (с добавлением кобальтового микса):
  1. как минимум, 10 образцов, отобранных как можно более ближе после выхода из миксера и равномерно распределенных в выходящем потоке материала партии для определения среднего уровня содержания кобальта (КВМ1 – КВМ10). Возможен (по желанию) отбор 20 образцов (см. раздел 7.2.3);
  2. как минимум, 4 образца в той же точке, для определения уровня влажности (VBM1 – VBM4);
  3. возможен (это по желанию) отбор 10 образцов в установленной(-ых) контрольной(-ых) точке(-ах) для измерения переходящего остатка для определения среднего уровня содержания кобальта (КВС1 – КВС10).
- c. После третьей партии (партия с переходящим остатком):
  1. возможен (это по желанию) отбор 10 образцов, взятых как можно более ближе после выхода из миксера и равномерно распределенных в выходящем потоке материала партии (КСМ1 – КСМ10);
  2. 20 образцов, отобранных в установленной(-ых) контрольной(-ых) точке(-ах) для измерения переходящего остатка, равномерно распределенного по всей партии в данной точке для определения уровня переходящего остатка (КСС1 – КСС20);
  3. как минимум, 4 образца в той же точке, для определения уровня влаги (VCC1 – VCC4).

### 3.2 Обработка и назначение образцов

Техническая обработка образцов (помол, секвенирование, и т.д.) производится так же, как описано в разделе 2.2. Следующее применяется к назначению образцов.

- a. Для всех образцов для определения уровня влаги существует функция исследования результатов содержания кобальта на предмет разницы в составе влаги, которые могут быть откорректированы или пересчитаны для сухого вещества.



- b. Образцы КАС1 – КАС4 исследуются индивидуально попарно. Это очень важно, особенно для третьей партии, потому что уровни содержания кобальта во второй и третьей партии должны быть откорректированы для «естественного» уровня кобальта в корме.
- c. Образцы КВМ1 – КВМ10 могут быть использованы для двух причин. Каждый образец может, при желании, быть разбит на два образца: «а» и «b» – или, если осуществлен забор 20 образцов, вместо 10 (см. раздел 7.1.2), они могут быть использованы по очереди или каждый из них может быть разбит на части, для той или иной причины.
- d. Возможно (при желании), одна часть образцов может быть использована для определения однородности микса. Для этого, каждый из данных 10 (или 20) образцов должен исследоваться отдельно, попарно.
- e. Из второй половины 10 или 20 образцов можно сделать микс, возможно, после последующего уменьшения продукта, который используется для определения среднего уровня содержания кобальта во второй партии. Для этого, осуществляется забор, как минимум, двух новых образцов из микса, в котором уровень содержания кобальта и уровень влажности исследуются попарно. Естественно, средний уровень содержания кобальта во второй партии может также определяться путем усреднения отдельных результатов для конкретных парных образцов из 10 или 20 образцов.
- f. С помощью образцов КВС1 – КВС190 можно составить представление (по желанию), насколько однородность, полученная сразу после смешивания (КВМ1 – КВМ10) в последовательном производстве и процессе транспортировки сохраняется вплоть до контрольной точки измерения переходящего остатка. Эти образцы должны отдельно исследоваться попарно.
- g. С помощью образцов КСМ1 – КСМ10, возможно, можно определить (по желанию), насколько переходящий остаток уже присутствует в цепочке до точки забора образца сразу после миксера. Для исследования, может быть принято решение об исследовании смешанного образца (исследование двух образцов попарно для определения среднего переходящего остатка), или отдельно из всех десяти образцов попарно (распределение переходящего остатка и расчет его среднего уровня).
- h. Образцы КСС1 – КСС20 могут смешиваться по два одновременно, то есть КСС1 + 2, КСС3 + 4 и т.д., после чего в каждом из 10 новых образцов попарно определяется уровень содержания кобальта. Допуская, что каждый из оригинальных образцов является репрезентативным для эквивалентной части партии, средний переходящий остаток может быть непосредственно рассчитан. В случае если известно, что это не так, например, из-за неодинаковых временных промежутков между забором образцов, рассчитывается взвешенное среднее, соотносимое с фактическими временными промежутками.
- i. Может также быть принято решение исследовать каждый из образцов КСС1 – КСС отдельно, и тогда рассчитывать среднюю величину, как описано выше.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

### 4.1 Исследование величины отклонения

В этом упрощенном применении результаты будут применимы только к ограниченному объему статистического анализа.

В случае если есть серия измерений с исследованием попарных образцов, в любом случае, рекомендуется проводить расчеты с анализом величины отклонений эмпирического коэффициента инвариантности между повторениями в пределах серии измерений.

В случае если есть серия измерений, для которых, в идеале, результаты должны представлять идентичные величины (однородность), должен проводиться анализ величины отклонения, рассчитывается как эмпирический коэффициент отклонения между образцами, так и между повторениями.

Это применимо, в частности, к серии образцов КАС1, КАС4 и, возможно, к КВМ1 – КВМ10, КСВ1 – КВС10 и КСМ1 – КСМ10, в случае если образцы отбираются из этих трех серий, производится индивидуальный анализ с акцентом на уровне однородности.

### 4.2 Расчет переходящего остатка

Все уровни содержания кобальта корректируются заблаговременно, с использованием средних результатов соответствующих измерений влаги для сухого вещества. Переходящий остаток для производственной установки рассчитывается следующим образом на основании откорректированных величин:

средний уровень содержания кобальта в 20 образцах КСС из третьей партии за вычетом среднего уровня содержания кобальта в 4 образцах КАС из первой партии делится на средний уровень содержания кобальта в 10 образцах КВМ из второй партии, также за вычетом среднего уровня содержания кобальта в 4 образцах КАС из первой партии. Умножив результат на 100 среднего переходящего остатка в партии, следующей за партией, в которую добавлялся кобальтовый микс, может быть рассчитана как модель для премикса с добавкой.

Путем отображения результатов исследования содержания кобальта в образцах КСС1 – КСС20 (откорректированных для среднего значения КАС1 – КАС4) в графической форме, получаем схему распределения переходящего остатка, которая, в принципе, более информативна, чем рассчитанные средние результаты.

#### 4.2.1 Модификации методов измерения с использованием кобальта для проводимых компанией измерений переходящего остатка, содержанием 3% и более в смесях комбикормов

Для проводимых компанией измерений переходящего остатка, содержанием 3% или больше, используется либо процедура исследования, указанная в разделе 2.2, либо модифицированная процедура, описанная в разделе 2.3.1. Используется содержимое кобальта в кобальтовом миксе, как указано в пункте 2 раздела 2.2 в размере минимум 2,5%. Это соответствует уровню приблизительно 50 мг/кг во второй партии корма для проведения процедуры исследования.

#### 4.2.2 Модификации методов измерения с использованием кобальта для проводимых компанией измерений переходящего остатка, содержанием 5% и более в смесях комбикормов

Для проводимых компанией исследований переходящего остатка, содержанием 5% и больше, используется либо процедура исследования, указанная в разделе 2.2, либо модифицированная процедура, описанная в разделе 2.3.1. Используется содержимое кобальта в кобальтовом миксе, как указано в пункте 2 раздела 2.2 в размере минимум 1,25%. Это соответствует уровню приблизительно 50 мг/кг во второй партии корма для проведения процедуры исследования.

#### **ЛИТЕРАТУРА:**

1. Beumer, H.; Nieman, W.. Toetsingsprocedure procesnauwkeurigheid met behulp van kobalt. Consequenties van een lager kobaltniveau. CKD werkgroep Toetsingsprocedure procesnauwkeurigheid May 1992, ref. 630.95/0168/Bm-Hb.

#### 4.2.3 Стандартная инструкция для приготовления микса кобальта сульфата для проводимых компанией измерений переходящего остатка

##### Введение

Кобальтовый микс для проведения процедуры контроля готовится в виде сухой смеси пшеничной крупы, кормовой муки и кобальта сульфата. Это обеспечивает равномерное распределение кобальта в кобальтовом миксе и факт того, что кобальтовый микс по своим характеристикам значительно не отличается от комбикорма.

##### Ингредиенты

- a. пшеничная крупа и кормовая мука, хорошего качества, основа;
- b. кобальта сульфат гептагидрат, кормовая мука, вода, минимум 98% чистоты.

##### Оборудование

Оборудование для смешивания, подходящее для сухих продуктов, таких как миксер Planet.

Также понадобятся инструменты, среди прочего, подходящие весы для взвешивания ингредиентов.

##### Меры безопасности

Работая с кобальтом, следует использовать защиту для рта и носа, а также подходящие перчатки из синтетического материала.

##### Подготовка кобальтового микса

Взвешивается необходимое количество кобальта сульфата гептагидрата, пшеничной крупы и кормовой муки.

Отмерянное количество ингредиентов смешивается в миксере Planet в течении 15 минут. Микс впоследствии отмеривается в ведра по 2,0 кг, которые должным образом закрываются крышками.

На упаковке указывается:

- a. название и код продукта (кобальтовый микс);
- b. вес в кг;
- c. дата производства;
- d. номинальная концентрация кобальта;
- e. порядковый номер упаковки в партии;
- f. меры предосторожности.

Закрытые ведра должны храниться в проветриваемых помещениях.  
Открывайте упаковку непосредственно перед использованием.

Кобальтовый микс должен соответствовать таким требованиям:

- a. размер частиц: максимально 1% > 0,7 мм; максимально 10% > 0,5 мм;
- b. уровень кобальта: как минимум, 4,5%.

#### Забор образцов и составление отчета

Во время упаковки кобальтового микса из каждой гомогенизированной партии осуществляется забор как минимум 4 образцов. Один из них используется для установления уровня влаги, 1 – для определения распределения частиц, и хотя бы один хранится в качестве резервного образца.

- g. происхождение и характеристики пшеничной крупы;
- h. происхождение и чистота гексагидрата хлорид кобальта;
- i. использованный объем основы, кобальтовой соли и воды;
- j. содержание влаги в миксе после гомогенизации;
- k. расчетный уровень содержания кобальта в кобальтовом миксе;
- l. распределение частиц кобальта в кобальтовом миксе.

Отчет о кобальтовом миксе готовится таким образом, чтобы указывать следующее:

- a. происхождение и характеристики пшеничной крупы;
- b. происхождение и характеристики кормовой муки;
- c. происхождение кобальта хлорид гептагидрата;
- d. использованный объем основы и кобальтовой соли;
- e. содержание влаги в миксе после гомогенизации;
- f. расчетный уровень содержания кобальта в кобальтовом миксе;
- g. уровень содержания кобальта в кобальтовом миксе по результатам исследования;
- h. распределение частиц кобальта в кобальтовом миксе.

## **5.5 Процедура исследования переходящего остатка в комбикормовых смесях с использованием микса марганца, высокопротеинового и низкопротеинового миксов**

### **1. СФЕРА ПРИМЕНЕНИЯ**

Процедура исследования разработана для определения переходящего остатка в комбикорме производственных компаний. Переходящий остаток больших компонентов из сортировочного оборудования для сырьевых материалов и переходящий остаток компонентов, которые добавляются посредством премиксов, определяется отдельно.

Путем осуществления забора для исследования переходящего остатка в различных местах производственного процесса, можно получить информацию о переходящем остатке в компонентах производственного процесса (например, линия помола / смешивания в бункер прессованной муки или прессовальная / охлаждающая линия). Метод также подходит для определения того, насколько однородные миксы могут производиться с использованием производственных установок (см. пункт 9).

### **2. ОПРЕДЕЛЕНИЯ**

#### **Переходящий остаток**

Переходящий остаток означает, что часть предыдущей партии корма остается в производственной и транспортной системе и попадает в последующие партии.

#### **Уровень содержания переходящего остатка**

Уровень переходящего остатка определяется, как количество нутриента компонента из предыдущей партии, выраженный в процентах, попадающий в следующую партию корма (того же размера). Уровень содержания переходящего остатка может измеряться для секции производственной установки (например, бункеров для прессованной муки) или для всей производственной установки.

### **3. ПРИНЦИП ПРОЦЕДУРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ**

Процедура исследования начинается с приготовления высокопротеинового соевого микса с высоким составом марганца и сразу же после производства низкопротеинового микса с низким составом марганца на той же производственной линии. Увеличение содержания протеина и марганца кукурузного микса во время работы производственной линии обусловлено переходящим остатком. Связывая это повышение с уровнем содержания протеина и марганца в соевом миксе, можно рассчитать уровень переходящего остатка.

Из-за того, что содержание протеина и марганца в кукурузном миксе увеличивается гиперболически (от высокого содержания в начале потока со снижением содержания впоследствии). Должное внимание должно уделяться процедуре забора образцов.

#### 4. ОБОРУДОВАНИЕ И ИНСТРУМЕНТЫ

Следующее необходимо для осуществления процедуры исследования:

- a. объем оксида марганца, соответствующий 0,4% обычного размера партии;
- b. (возможно) лопатка для забора образцов;
- c. два ведра для возможности отбора определенного количества под-образцов;
- d. контейнеры или пакеты для образцов, вместимостью, как минимум 200 граммов материала. В случае если проверка переходящего остатка проводится в нескольких местах производственной линии, обычно будет достаточно 20 контейнеров для образцов (обычно, исследуются только 14 образцов).

#### 5. НЕОБХОДИМАЯ ИНФОРМАЦИЯ О КОМПАНИИ

Компания, на производстве которой будет осуществляться процедура контроля, должна заранее предоставить следующую информацию:

- a. блок-схему производственной установки;
- b. способ смешивания сои и кукурузного микса. В частности, должно быть указано как и где добавляется оксид марганца и как промывается любая система транспортировки оксида марганца к миксеру как для соевого микса, так и для кукурузного микса.

#### 6. ПРИМЕНЕНИЕ ПРОЦЕДУРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

##### 6.1.a. Приготовление высокопротеинового соевого микса с высоким содержанием марганца

Соевый микс (при обычном размере партии) состоит из 92% соевой муки, 4% жира, 3% тростниковой мелассы, 0,4% оксида марганца и 0,8% дикальциум фосфата (или мела, или соли). Эта смесь сортируется, перемалывается, смешивается и укладывается в паллеты обычным способом. Мелассы и жир добавляются для получения муки с нормальными физическими характеристиками, необходимыми для должной паллетизации. Соевая мука может браться из одного или нескольких сортировочных силосов.

Оксид магния добавляется вместо премикса и должен проходить ту же цепочку, что и премикс. Следовательно, оксид марганца добавляется в машину для взвешивания или приемник премикса.

Фасовка должна происходить таким образом, чтобы оксид марганца, фактически, полностью попал на дно весов или приемника премикса.

Оксид марганца должен соответствовать таким требованиям:

- a. содержание марганца, как минимум 50%;
- b. размер частиц: 100% должны быть меньше 0,2 мм.

Как правило, мел, соль и/или кормовые фосфаты добавляются с помощью тех же весов или приемника. Из-за этого переходящий остаток компонентов из премикса будет меньше, особенно когда добавляется первый премикс и только тогда другие продукты.

В целях исследований добавляется сначала 0,4% оксида марганца и потом – 0,8% мела, кормовых фосфатов или соли.

Как только содержание весов (или приемника) добавлено в соевый микс в миксер, осуществляется смешивание на протяжении обычного времени.

Потом микс помещается в пустой бункер для прессованной муки и пеллетизируется (образец).

Линия помола / смешивания и линия прессования / охлаждения нельзя использовать для чего-то, кроме кукурузного микса после соевого микса.

6.1.b. Отбор образцов соевого микса

При разгрузке паллет с соей в силосе с готовым продуктом, осуществляется отбор образца микса хорошего качества из последней части партии.

6.2.a. Приготовление низкопротеинового кукурузного микса с низким содержанием марганца

Кукурузный микс (с тем же объемом партии, что и соевый микс) состоит из 92% кукурузы, 4% жира, 3% тростниковой мелассы и 0,8% дикальций фосфата (или мела, или соли). В случае если невозможно расфасовать приготовить микс с содержанием 92% кукурузы, готовится кукурузный / пшеничный микс или другой низкопротеиновый микс (образец).

Система транспортировки между весами (или приемником) премикса и миксером, промывается 0,8% дикальций фосфатом (или солью, или мелом). Отсчет времени смешивания начинается с момента добавления кормового фосфата в микс. Потом микс помещается в (пустой) бункер для прессованной муки (образец), а потом паллетизируется (образец).

6.2.b. Отбор образцов кукурузного микса

Осуществляется отбор таких образцов кукурузного микса:

- a. кукуруза (и, возможно, пшеница), используемая для приготовления микса;
- b. шесть образцов кукурузного микса при входе в бункер для прессованной муки;
- c. шесть образцов кукурузного микса при входе в силос с конечным продуктом.

Процедура отбора образцов важна для образцов второй и третьей партии. В частности, в первой части муки или гранулах из партии будет выше содержание протеина и марганца, которое уменьшится относительно быстро до более низкого и более постоянного уровня. Потому важно, взять образцы из первой части муки или гранул и знать, к какой части корма относятся данные образцы.

Процедура отбора образцов на входе в бункер с прессованной мукой (которая, как правило, длится от 3 до 5 минут) состоит в следующем:

- a. на протяжении первых 30 секунд в ведро собирается как можно больше под-образцов; из них делается смешанный образец;
- b. на протяжении следующих 30 секунд: то же самое;
- c. потом каждые 30 секунд осуществляется отбор произвольного образца из потока, пока поток муки не остановится.

Засекается общее время прохождения потока муки и отбираются 6 образцов, а именно первых три и три из остальных образцов.

Отбор образцов из гранул при входе в силос с готовым продуктом производится точно так же. Так как происходит все, как правило, немного дольше, процедура происходит таким образом:

- a. в течение первой минуты, осуществляется забор как можно большего количества под-образцов, которые помещаются в ведро; из них создается смешанный образец;
- b. в течение второй минуты: то же самое;

- c. потом каждую минуту осуществляется отбор произвольного образца из потока, пока не остановится поток гранул;
- d. (в случае если поток гранул непродолжительный, следует использовать «реальную» продолжительность.)

Здесь также засекается общее время и отбираются 6 образцом, а именно первых три и три из остальных образцов.

### 6.3 Переработка соевого микса в комбикорм

При низком содержании переходящего остатка, содержание марганца в соевом миксе составляет приibl. 2 000 мг/кг. При переработке этого соевого микса в комбикорм, следует учитывать тот факт, что содержание марганца в комбикорме может составлять максимум 250 мг/кг.

## 7. ИССЛЕДОВАНИЕ ОБРАЗЦОВ

В общем отбираются 14 (или, возможно, 15) образцов:

- 1 образец из соевых пеллет (+ марганец) = А
- 1 образец кукурузы (чистой) (+ возможно, пшеницы) = В
- 6 образцов микса кукурузной муки (бункер с прессованной мукой) = С (1-6)
- 6 образцов микса кукурузной муки (силос с готовым продуктом) = D (1-6)

Все образцы исследуются на наличие RE и Mn.

Половина образцов из микса кукурузной муки и пеллет кукурузного микса исследуются для установления уровня влаги; цель состоит в том, чтобы выяснить, изменилось ли содержание влаги во время паллетизации. В случае если содержание влаги во время паллетизации изменилось, уровень содержания RE и Mn в пеллетах кукурузного микса должно быть откорректировано соответствии с их уровнем в миксе из кукурузной муки.

## 8. РАСЧЕТ ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА В ПРОЦЕНТНОМ ВЫРАЖЕНИИ

Процент переходящего остатка можно рассчитать, исходя из уровня содержания RE и Mn в отобранных образцах. Предположительно, установлено следующее содержание:

пеллеты сои: 420 г RE и 2,006 мг Mn/кг

чистая кукуруза: 86 г RE и 4 мг Mn/кг

образцы кукурузного микса (над бункером с прессованной мукой)

1.	образец микса (0,5 мин.)	160 г RE	и	400 мг Mn/кг
2.	образец микса (0,5 мин.)	100 г RE	и	60 мг Mn/кг
3.	произвольный образец	90 г	и	27 мг
4.	произвольный образец	85 г (ср. 88)	и	30 мг (ср. 28)
5.	произвольный образец	88 г	и	28 мг
6.	произвольный образец	89 г	и	27 мг

Общая длительность потока муки в бункере с прессованной мукой = 5,5 мин.

Расчетное содержание в кукурузном миксе (92% кукурузы и 3% мелассы с 40 г RE и 25 мг Mn/кг):

$$\begin{aligned} \text{RE} &= 0,92^* 86 + 0,03^* 40 = 80,3 \text{ г/кг} \\ \text{Mn} &= 0,92^* 4 + 0,03^* 25 = 4,4 \text{ мг/кг} \end{aligned}$$



Среднее содержание RE и Mn в кукурузном миксе рассчитывается следующим образом:

$$\begin{aligned} \text{RE} &= 0,5/5,5^* 160 + 0,5/5,5^* 100 + 4,5/5,5^* 88 = 95,6 \text{ г/кг} \\ \text{Mn} &= 0,5/5,5^* 400 + 0,5/5,5^* 60 + 4,5/5,5^* 28 = 64,7 \text{ г/кг} \end{aligned}$$

(каждый из образцов 1 и 2 покрывают временной промежуток 0,5 мин из общего временного промежутка 5,5 мин.

Для образцов 3-6 рассчитан средний уровень; эти образцы покрывают временной промежуток  $5,5 - 2 \times 0,5 = 4,5$  мин).

Процентное выражение переходящего остатка (Vs-%) рассчитано следующим образом:

$$\text{Vs-\%} = \frac{\text{ср. содерж. в кукур. миксе} - \text{расчетн. содерж. в кукур. миксе}}{\text{ср. содерж. в пеллетах сои} - \text{расчетн. содерж. в кукур. миксе}} \times 100$$

Тогда процентное выражение переходящего остатка (вплоть до бункера с прессованной мукой)

$$\text{для RE} = \frac{95,6 - 80,3}{420 - 80,3} \times 100 = \frac{1530}{339,7} = 4,5\%$$

$$\text{и для Mn} = \frac{64,7 - 4,4}{2006 - 4,4} \times 100 = \frac{6030}{2001,6} = 3\%$$

Процентное выражение переходящего остатка при входе в контейнер с готовым продуктом рассчитывается таким же образом.

Процентное выражение переходящего остатка RE связано с кормом как таковым, из фасовочного оборудования.

Процентное выражение переходящего остатка Mn показывает переходящий остаток компонентов из премикса.

## 9. ИЗМЕРЕНИЕ ОДНОРОДНОСТИ

Для определения, насколько однородными производятся миксы на производственной установке, нужно отобрать, как минимум, 10 образцов из соевого микса с высоким содержанием марганца и исследовать на предмет содержания марганца. Разброс уровней содержания марганца в данных образцах (стандартное отклонение или разница между самым высоким и самым низким содержанием) является мерой однородности.

При осуществлении забора образцов из соевого микса, следует обеспечить, чтобы были отобраны образцы из всего потока микса. Так как часто точно не известно, как долго будет идти поток муки, желательно сразу же взять достаточное количество образцов, только часть которых (а именно, 10) будут исследованы.

Тест на однородность может осуществляться во многих точках производственной установки. В случае если забор образцов осуществлялся сразу после миксера, получается хороший анализ работы миксера. В случае если, с одной стороны, забор образцов осуществляется в других точках производственной установки (но после миксера), однородность будет меньше, чем сразу после миксера.

Это потому, что в таком случае расслоение и перенесение компонентов тоже играют свою роль. Так как соевый микс с высоким содержанием марганца всегда производится после «нормального» комбикорма с намного меньшим содержанием марганца, первые образцы соевого микса будут загрязнены определенным количеством комбикорма и, таким образом, будут иметь меньшее содержание марганца. Последующие образцы будут загрязнены все меньшим количеством нормального комбикорма, а уровень содержания марганца будет все выше.

#### 10. ОБСУЖДЕНИЕ ОШИБОК

Таблица 1 показывает расчетные величины по содержанию марганца и протеина в кукурузном миксе при разном процентном содержании переходящего остатка; допустим 80 г RE и 5 мг Mn/кг кукурузного микса (чистого) и 400 г RE и 1800 мг Mn/кг соевого микса.

<b>Таблица 1. Влияние процента переходящего остатка на уровень содержания марганца и протеина кукурузного микса.</b>						
Переходящий остаток %	0	1	3	5	10	15
Mn из основы*	5	5	5	5	5	5
Из сои	0	18	54	92	180	270
	5	23	59	95	185	275
* без учета эффекта уменьшения плотности						
RE из основы	80	79,2	77,6	76	72	68
Из сои	0	4	12	20	40	60
	80	83,2	89,6	96	112	128

На основании точности исследований содержания Mn и RE, можно оценить точность, с которой можно определить переходящий остаток.

Для 6 образцов кукурузы для исследований, допускается, что среднее содержание марганца в 95% процентов случаев будет между 95 и 105% от фактического уровня; для уровня < 60 мг/кг абсолютный интервал приравнивается к интервалу для

60 мг/кг, т.о. +/- 3 мг/кг.

Для соевого микса допускается, что уровень содержания марганца в исследованных образцах будет отклоняться максимум на 100 мг/кг от фактического уровня.

Для протеина, допускается, что средний уровень содержания в 6 образцах кукурузы в 95% случаев будет между 99 и 101% фактического уровня и что уровень содержания для соевого микса будет отклоняться максимум на 2% от фактического уровня.

Результаты расчетов показаны в Таблице 2.

Можно сделать заключение, что низкий процент переходящего остатка можно определить достаточно относительно. Для низкого уровня содержания переходящего остатка, кажется, что марганец показывает лучшие результаты, чем RE; при высоком уровне содержания переходящего остатка, напротив, протеин показывает результаты лучше марганца.

Таблица 2. Влияние точности исследований на установление процента содержания переходящего остатка				
		Кукурузный микс		
Уровень содержания переходящего остатка		Расчетный	Анализ интервала	Процент переходящего остатка*
Mn	0	5 мг/кг	2 - 8 мг/кг	0,16 - 0,18%
	1	23	20 - 26	0,8 - 1,2
	3	59	56 - 62	2,7 - 3,4
	5	95	90 - 100	4,5 - 5,6
	10	185	176 - 194	9 - 11,1
	15	275	261 - 289	13,5 - 16,7
На основании 1800 мг Mn/кг соевого микса (вариация 1700-1900, при низком содержании марганца в кукурузе, расчеты показывают высокое содержание марганца в сое, и наоборот).				
		Расчетный	Анализ интервала	Процент переходящего остатка %*
RE	0	80 г/кг	79.2 - 80.8 г/кг	- 0,25 - 0,25
	1	83,2	82,4 - 84,0	0,7 - 1,3
	3	89,6	88,7 - 90,5	2,6 - 3,4
	5	96	95,0 - 97,0	4,5 - 5,5
	10	112	110,9 - 113,1	9,4 - 10,6
	15	128	126,7 - 129,3	14,2 - 15,8
На основании 400 г RE/кг соевого микса (вариативность 392-408, при низком RE кукурузе, расчеты показывают высокий RE в сое, и наоборот).				

## 5.6 Процедура исследования количества переходящего остатка в установках по производству премиксов и добавок

### 1. СИСТЕМА

Метод измерения переходящего остатка в установках по производству премиксов и добавок соответствует, что касается систематического подхода, Разделам 2.2-2.4.

### 2. ПРОЦЕДУРА ИЗМЕРЕНИЯ ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА

- a. Процедура измерения переходящего остатка касается точки, где осуществляется добавление добавок и/или ветеринарных лекарственных препаратов в механизм общей загрузки или при наполнении мешков.
- b. Измерение переходящего остатка должно осуществляться для каждой производственной линии в производственной установке.
- c. Измерение должно производиться на основании такого количества микса, которое равноценно наименьшей партии, которая может производиться на практике на конкретной исследуемой производственной установке.

### 3. ИНДИКАТОРНАЯ ЖИДКОСТЬ

Для измерения переходящего остатка может использоваться следующая индикаторная жидкость:

кобальтовые миксы в соответствии с Разделами 2.2 или 2.3.4 с концентрацией кобальта, как минимум, 200 мг/кг. При концентрации кобальта 2000 мг/кг или выше, можно также пользоваться чистой сульфат кобальта. В дополнение к микротрейсерам FSS-Lake и F-Lake, может использоваться метилвиолет в дозировке 10 мг/кг. В остальном, нужно соответствовать требованиям, изложенным в Разделе 2.3.4.

### 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРЕХОДЯЩЕГО ОСТАТКА

Измерения переходящего остатка осуществляется, в целом принимая во внимание микс, в котором установлен переходящий остаток. Это означает, что средний уровень содержания в этом миксе является исходной точкой определения переходящего остатка. Переходящий остаток измеряется следующим образом:

- a. снова перемешайте весь микс;
- b. отберите и исследуйте 5 образцов из этого микса (V1-V6). По данным результатам определяется средний уровень содержания;
- c. переходящий остаток измеряется таким образом:

(сред. кол-во в миксе с переходящим остатком)  
 \_\_\_\_\_ x 100%

(добавление в предыдущий микс,  
 из которого есть переходящий остаток)

## 5.7 Процедура проверки точности производства комбикорма с микротрейсерами

### 1. СФЕРА ПРИМЕНЕНИЯ

Эта процедура или метод исследования для определения однородности муки и зерна может использоваться на основе обычных премиксов и миксов из молотого комбикормового сырья в комбикормовых компаниях.

Метод также может использоваться для определения процентного содержания переходящего остатка, который присутствует в комбикормовом сырье.

### 2. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Производственная установка: Производственная установка – это установка, которая подходит для приготовления комбикорма.

Микс с микротрейсером: Для исследования комбикорма, микс с микротрейсером содержит 4 кг кормовой извести или пшеничной крупы и 100 г микротрейсера. Следовательно, 100 г микротрейсера смешивается с 1 т комбикорма, что соответствует точности смешивания 1:10 000.

Для исследования премикса, микс с микротрейсером содержит 4 кг кормовой извести или пшеничной крупы и 10 г микротрейсера. Следовательно, 10 г микротрейсера смешивается с 1 т комбикорма, что соответствует точности смешивания 1:100 000.

### 3. ПРИНЦИП

Так называемые микротрейсеры используются в качестве индикаторной жидкости. Это элементарные частицы железа, покрытые кормовым колорантом, чтобы можно было посчитать окрашенные в процессе исследования частицы. Среднее количество частиц на мг указывается в сертификате исследования с использованным микротрейсером. В случае с частицами микротрейсера суть состоит в распределении частиц, следовательно, среднее количество частиц варьируется в зависимости от партии микротрейсера. Чтобы определить количество интересующих частиц при исследовании, готовится микс с микротрейсером, в котором среднее количество частиц точно определено для используемого микротрейсера (см. раздел 17).

Для исследования однородности и переходящего остатка подходят два микротрейсера. Они отличаются размером частиц и, следовательно, количеством частиц на мг. Микротрейсер F состоит из частиц размером 150–300 мкм и некоторое время уже использовался в кормовой промышленности. Микротрейсер большей точности – микротрейсер FSS с размером частиц 75–150 мкм был специально разработан для корма для кур, для уменьшения количества исследований.

Требуемая точность для определения переходящего остатка, составляющая 1%, достигается при использовании как микротрейсера F, так и FSS. Чтобы достичь статистически точной оценки, нужно обеспечить минимальное количество 15 частиц на фильтр. Только тогда можно точно оценить однородность первой партии.

Метод	Среднее количество на миллиграмм [мг]	Количество исследуемого материала для оценки однородности [g]	Среднее расчетное количество частиц в исследуемом материале	Количество исследуемого материала для определения переходящего остатка [g]	Точность исследований переходящего остатка в %	Среднее расчетное количество частиц в исследуемом материале
FSS-Lake 100 м.д.	200	2	40	200	1	40
F-Lake 100 м.д.	25	20	50	2000	1	50
FSS-Lake 10 м.д.	200	25	50	2500	1	50

Таблица 1:

Процедура исследования для определения уровня однородности мучных миксов при производстве комбикормов осуществляется с помощью микса с микротрейсером, который, благодаря своим свойствам, может заменить обычные комбикормовые добавки.

Процедура исследования включает производство двух партий из того же кормового микса. Микс с микротрейсером (см. раздел 2) добавляется в первую партию. Потом определяется количество частиц микротрейсера в образцах муки и зерна из первой партии корма. Вторая партия состоит только из корма, без микса с микротрейсером. Определяется также содержание микротрейсера в образцах муки и зерна из этой партии. Это содержание дает возможность составить представление о переходящем остатке, присутствующем в производственной установке.

Количество частиц микротрейсера в отобранных образцах определяется путем разделения частиц микротрейсера от других частиц корма с помощью ротационного детектора и путем использования кормового колоранта для того, чтобы сделать отдельные частицы микротрейсера видимыми на листе фильтровальной бумаги.

#### 4. ОБОРУДОВАНИЕ И ИНСТРУМЕНТЫ

Для осуществления процедуры исследования необходимо следующее:

- a. 40 пластиковых пакетов для образцов для хранения образцов муки и зерна, каждый объемом вдвое больше объема образца (см. таблицу 2);
- b. 40 пластиковых пакетов для образцов для хранения образцов муки и зерна, каждый объемом вдвое больше объема образца (см. таблицу 2);
- c. одна маленькая и одна большая пластмассовая лопатка для забора образцов.

Необходимо указанное количество пластиковых пакетов, если забор образцов муки с производственной установки осуществляется в одном месте производственной установки, а образцов зерна – в другом. Для каждой дополнительно точки забора образцов необходимо 40 дополнительных пакетов.

Метод	Объем образцов для забора из первой производственной партии для определения однородности	Объем образцов для забора из второй производственной партии для определения переходящего остатка
FSS-Lake 100 м.д.	≥ 4 г	≥ 400 г
F-Lake 100 м.д.	≥ 40 г	≥ 4,000 г
FSS-Lake 10 м.д.	≥ 50 г	≥ 5,000 г

Таблица 2:

Нужна лаборатория, в которой смогут определить содержание микротрейсеров. Нужно вовремя договариваться о времени с лабораторией, чтобы анализы были проведены вскоре после забора образцов.

## 5. НЕОБХОДИМАЯ ИНФОРМАЦИЯ О КОМПАНИИ

Компания, на производстве которой будет осуществляться процедура контроля, должна заранее предоставить следующую информацию:

- a. блок-схему производственной установки, на которой может быть обозначено, где, в процессе применения, добавлялся микротрейсер и где осуществлялся забор образцов.

Следующая информация будет необходима в процессе контрольной процедуры:

- b. принт-скрины или из распечатки, показывающие:
  1. состав кормового микса;
  2. вес партии, запрошенный компьютером, и
  3. фактический вес партии;
 или, при отсутствии компьютеризации:
  4. состав кормового микса;
  5. расчетный вес в сумме определенного количества каждого из компонентов;
  6. определенный фактический вес.

Следующая информация будет необходима для возможности рассчитать вес партии для миксера и зернового пресса:

- c. где и сколько в основной состав корма было добавлено мелассы, барды, а также других жидких ингредиентов и
- d. где и сколько в основной состав корма было добавлено жиров и т.д. Места добавления указанных веществ обозначаются на блок-диаграмме.

## 6. ДОБАВЛЕНИЕ МИКСА С МИКРОТРЕЙСЕРОМ

Микс с микротрейсером (см. раздел 2) добавляется в первую партию. Точка, в которой добавляется микс с микротрейсером, зависит от пути измеряемого переходящего остатка (см. 7.1). Место, в котором должен добавляться микс с микротрейсером, следует указать на блок-схеме производственной установки. Место, в котором должен добавляться микс с микротрейсером, следует указать на блок-схеме производственной установки. Необходимый вес партии может быть рассчитан компьютером для управления технологического процесса.

## 7. ОТБОР И ОБРАБОТКА ОБРАЗЦОВ

### 7.1 Исследование образцов

#### 7.1.1 Отбор образцов

Во время осуществления контроля, отбор образцов комбикормовой компании производится в заранее согласованных местах:

- a. после миксера, но как можно ближе к миксеру (см. пункт 13.1);
- b. от точки входа до помещения готового продукта в силос, в случае производства муки или силос из прессованной муки;
- c. от точки входа до помещения готового продукта в силос, в случае производства зерна;
- d. в любой другой конечной точке для определения соответствующего пути переходящего остатка.

В случае если поток муки или зерна недосыгаем в желаемых точках, по согласованию с компанией следует сделать соответствующие отверстия.

В точке отбора образцов каждый раз осуществляется отбор 20 образцов. Статистическая точность повышается при увеличении количества образцов. Тем не менее, увеличение количества образцов с 30 до 40 осуществляется по желанию.

#### **Производство муки**

Из первой партии осуществляется отбор 20 образцов муки (сразу на выходе из миксера) и 20 образцов муки (от точки входа до помещения готового продукта в силос) для исследования с использованием микротрейсера (см. таблицу 2 для определения объема образцов для исследования).

Из второй партии осуществляется отбор 20 образцов муки (сразу на выходе из миксера) и 20 образцов зерна (от точки входа до помещения готового продукта в силос) для исследования с использованием микротрейсера (см. таблицу 2 для определения объема образцов для исследования).

#### **Производство зерна**

Из первой партии осуществляется отбор 20 образцов муки (сразу на выходе из миксера) и 20 образцов зерна от точки входа до помещения готового продукта в силос) для исследования с использованием микротрейсера.

Из второй партии осуществляется отбор 20 образцов муки (сразу на выходе из миксера) и 20 образцов зерна (от точки входа до помещения готового продукта в силос) для исследования с использованием микротрейсера (см. таблицу 2 для определения объема образцов для исследования).

В случае если необходимо разделение переходящего остатка для линии дозировки / помола / смешивания, с одной стороны, и прессовальной линии, с другой стороны, то из первой и второй партии осуществляется отбор еще 20 образцов муки для выявления микротрейсера от точки входа до помещения прессованной муки в силос. Метод работы идентичен с методом производства муки.



**Пакеты для образцов**

На всех пакетах для образцов необходимо указать код образца перед началом производства первой партии корма. Пакеты для образцов должны наполняться до краев и запечатываться во избежание, насколько это возможно, расслоения (в случае с образцами муки).

**Отбор образцов**

- a. Производимая партия: как только начинается поток муки и/или зерна исследуемой партии, осуществляется отбор 20 образцов муки и 20 образцов зерна, так же насколько можно в течение всего времени производства партии.
- b. Производимая партия: Вследствие ожидаемого неравномерного распределения частиц микротрейсера в партии с переходящим остатком (вначале с очень большим содержанием частиц микротрейсера и в конце с очень небольшим количеством частиц микротрейсера) отбор образцов осуществляется иначе. Отбор первых трех образцов осуществляется непрерывно в большой контейнер. Отбор первого образца осуществляется с 0 по 0,5 мин, второй образец – с 0,5 по 1,0 мин и третий образец – с 1,0 по 1,5 мин потока производимого корма. Из каждой из трех серий образцов отбирается образец путем разделения проб (метод квартования). Остальные образцы отбираются в произвольно каждые 0,5 мин. При общей длительности производства корма в течение 10 минут, будет отобрано 20 образцов, из которых первые три – сборные образцы, а другие 17 индивидуальные образцы. При меньшей длительности производства, интервалы забора образцов должны изменяться соответственно.

Примечание: Очень важно, чтобы образцы, забор которых осуществляется в разные моменты времени в процессе производства партии, были репрезентативными касательно партии в целом.

**7.1.2 Подготовка образцов**

Каждый образец муки и зерна перемалывается в соответствующем измельчителе.

Сначала измельчите образцы муки и зерна из второй партии (партии с переходящим остатком), а потом – из первой партии. Таким образом, образцы будут измельчены в восходящей последовательности содержания в них микротрейсера.

После измельчения каждого образца очищайте измельчитель с помощью сжатого воздуха.

Очищайте измельчитель после каждых 20 последовательных образцов с помощью сжатого воздуха и, разобрав соответствующие детали, очистите с помощью не слишком мягкой щеточки / кисточки. Нельзя допустить переноса материала из предыдущей группы образцов.

Насколько возможно, обеспечьте однородность каждого помола, а потом поместите его назад в оригинальный контейнер.

### 7.1.3 Хранение исследуемых образцов

Образцы компании, анализ которых не проведен в течении недели с момента забора, должны храниться в охлаждаемом помещении.

### 7.2 Исследование образцов

Упаковку образцов в течение этого времени открывать нельзя (см. пункт 13.2). Насколько возможно, гомогенизируйте смесь, подлежащую исследованию, в контейнере образца, перемешав ее ложкой или лопаточкой. Возьмите из образца для исследования и анализа на предмет содержания микротрейсеров пробу любого объема.

### 7.3 Архивирование

Фильтры с окрашенными точками от индивидуальных частиц микротрейсера должны архивироваться. Минимальный период архивирования составляет 1 год. При этом, фильтровальную бумагу можно хранить более 10 лет.

## **8. ВЫЯВЛЕНИЕ ЧАСТИЦ МИКРОТРЕЙСЕРА**

Частицы микротрейсера из образца отделяются благодаря своим магнитным свойствам путем фильтрации через ротационные детектор с ротационным магнитом. В то же время другие частицы с магнитными свойствами также отфильтровываются. Идентификация частиц микротрейсера происходит путем связывания колорирующего агента, вызывающего хроматографический эффект (= окрашенная точка) на листе фильтровальной бумаги, после обработки проявителем. Чтобы сделать окрашенные точки видимыми, фильтр увлажняется проявителем, частицы микротрейсера переносятся количественно на лист фильтровальной бумаги и проявление цвета прекращается; для этого нужно положить лист фильтровальной бумаги на разогретую тарелку.

Другие частицы с магнитными свойствами не проявляют цветных точек и убираются с листа фильтровальной бумаги с помощью кисточки. Цветовые точки, проявившиеся на листе фильтровальной бумаги, подсчитываются. Содержание микротрейсера указывается как количество частиц на грамм образца.

## **9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ**

### 9.1 Нестандартные результаты

После добавления микса с микротрейсером в корм, содержание микротрейсера в первых образцах первой партии будет ниже, чем в последующих образцах. Это происходит из-за уровня содержания переходящего остатка чистого корма из партии корма, производимого до партии с микротрейсером.

В образцах из второй партии корма наблюдается противоположный эффект. Теперь первые образцы показывают относительно высокое содержание микротрейсеров в результате присутствия переходящего остатка корма, содержащего микротрейсер, от второй и третьей партии. Как правило, вариация уровней содержания микротрейсера в образцах из третьей партии имеет больше отклонений, чем во второй партии. Также не существует вероятности однородности и достаточно составить график среднего уровня содержания микротрейсера на образец по отношению к количеству образцов.

Насколько образцы являются соответственно репрезентативными для всей партии, что означает, что их забор был проведен должным образом в течении общего периода времени, средний переходящий остаток микротрейсера может быть рассчитан в виде его процентного содержания во второй партии.

### 9.2 Переходящий остаток

Переходящий остаток для производственных установок рассчитывается следующим образом в соответствии с процедурой контроля для точек измерения.

Средний уровень содержания микротрейсера в исследуемых образцах из второй партии разделенный на средний уровень содержания микротрейсера на основании сухого вещества из анализируемых образцов из второй партии. Умножив данную цифру на 100, можно рассчитать средний переходящий остаток.

### 9.3 Тест на однородность

Для оценки используются следующие статистические данные:

- среднее количество частиц;
- стандартное отклонение для количества частиц;
- $\chi^2$  (хи квадрат) – величина;
- вероятность частиц в %, как показатель однородности;
- процент обнаружения частиц в %.

Вероятность определяется путем использования определенной хи квадрат величины и количества степеней свободы (см. Таблицу 3). Можно найти величины в промежутке 0,999 и < 0,0005. Оценка однородности записывается по определению. Вероятность рассчитывается с помощью таблицы Excel.

$\chi^2$	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	.317	.607	.801	.910	.963	.986	.995	.998	.999
2	.157	.368	.572	.736	.849	.920	.960	.981	.991
3	.083	.223	.392	.558	.700	.809	.885	.934	.964
4	.046	.135	.261	.406	.549	.677	.780	.857	.911
5	.025	.082	.172	.287	.416	.544	.660	.758	.834
6	.014	.050	.112	.199	.306	.423	.540	.647	.740
7	.008	.030	.072	.136	.221	.321	.429	.537	.637
8	.005	.018	.046	.092	.156	.238	.333	.433	.534
9	.003	.011	.029	.061	.109	.174	.253	.342	.437
10	.002	.007	.019	.040	.075	.125	.189	.265	.350
11	.001	.004	.012	.027	.051	.088	.139	.202	.276
12	.001	.002	.007	.017	.035	.062	.101	.151	.213
13	**	.002	.005	.011	.023	.043	.072	.112	.163
14	**	.001	.003	.007	.016	.030	.051	.082	.122
15	**	.001	.002	.005	.010	.020	.036	.059	.091

Таблица 3: Таблица для определения вероятности, горизонталь: количество уровней свободы, вертикаль: величины хи квадрата.

## 10. ОТЧЕТНОСТЬ

Следующая информация включается в отчет по каждой группе образцов корма:

- a. для расчета однородности первой партии комбикорма, среднее содержание частиц микротрейсера в целых числах;
- b. для расчета однородности первой партии комбикорма, количество уровней свободы системы Количества исследуемых образцов  $n-1$ ;
- c. для расчета однородности первой партии комбикорма, величина хи квадрат (рассчитанная путем умножения эмпирического коэффициента вариации для исследуемых образцов на количество данных разделенных на среднее количество частиц в исследуемых образцах);
- d. из количества уровней свободы и величины хи квадрата, вероятность в виде процентного выражения от исследуемых образцов  $[(\text{Chivert (хи квадрат; уровень свободы)} \times 100) \times 100]$ ;
- e. расчетный процент частиц микротрейсера в первой партии корма относительно количества частиц микротрейсера в добавленном миксе с микротрейсером;
- f. расчетный переходящий остаток на производственной установке из количества частиц микротрейсера во второй партии корма по отношению к количеству частиц микротрейсера в первой партии.

## 11. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ

### Однородность материалов

Расчетная вероятность является величиной измерения однородности исследуемого мучного микса или зерна, с которых осуществляется забор образцов. Вероятность показывает, насколько велика вероятность соотношения исследуемого образца с идеальным миксом.

В случае если величина, установленная во время исследования, идентична вероятности более 5% (0,05), чем можно предположить на основании вероятности расчета «идеального микса».

В случае если величина, установленная во время исследования, идентична вероятности от 1% до 5% (0,01-0,05), можно предположить на основании расчета вероятности, что существует «возможно значительное отклонение от идеального микса». Это относится к пограничным случаям, в которых нельзя сделать однозначного заключения. Исследование нужно повторить.

В случае если величина, установленная во время исследования, идентична вероятности менее 1%, можно предположить на основании расчета вероятности, что существует «возможно значительное отклонение от идеального микса».

Ключевая характеристика распределения отравляющей примеси состоит в том, что когда существует «идеальный микс», стандартное отклонение череды исследований должно быть (в среднем) равно квадратному корню усредненной величины.

Два образца для расчета однородного и неоднородного микса.

Пример 1: Однородный микс

Номер образца	Количество подсчитанных частиц, x	Среднее m	Разница $x_n - d_n$	Квадрат разницы $d_n^2$
1	47	50	3	9
2	53	50	3	9
3	45	50	5	25
4	55	50	5	25
5	50	50	0	0
Среднее $x=50$			Сумма $d_n^2=S=68$	

Таблица 4: Пример расчета для однородного микса

Количество образцов:  $n=5$   
 Величина хи квадрата  $\chi^2$  :  $S: x = 1$  ( $68: 50 = 1.4$ )  
 Табличные величины из Таблицы 3:  
     горизонталь:  $n - 1 = 4$   
     вертикаль: 1  
 расчетная вероятность: 0,910  
 расчетная вероятность в %: 91,0%

Результат: Расчетная вероятность больше 5%; соответственно присутствует однородный микс.

Пример 2: Неоднородный микс

Номер образца	Количество подсчитанных частиц, x	Среднее m	Разница $x_n - d_n$	Квадрат разницы $d_n^2$
1	43	53	10	100
2	57	53	4	16
3	70	53	17	289
4	35	53	18	324
5	61	53	8	64
Среднее $x=53$			Сумма $d_n^2=S=793$	

Таблица 5: Пример расчета неоднородного микса

Количество образцов:  $n=5$   
 Величина хи квадрата  $\chi^2$ :  $S: x = 15$  ( $793: 53 = 15$ )  
 Табличные величины из Таблицы 3:  
     горизонталь:  $n - 1 = 4$   
     вертикаль: 15  
 расчетная вероятность: 0,005  
 расчетная вероятность в %: 0,5%

Результат: Расчетная вероятность меньше 1%; соответственно присутствует неоднородный микс.

## 12. ПРИМЕЧАНИЯ

### 12.1 Первая контрольная точка для отбора образца

Кормовой микс не является однородным после дозировки различных компонентов. Даже после помола сырьевых материалов в молотковой зернодробилке, такая однородность относительна. Чаще, мелкозернистые ингредиенты пропускаются через молотковую зернодробилку прямо в миксер. Можно ожидать, что микс будет однородным только после первого перемешивания в миксере. Осуществлять отбор образцов напрямую из миксера сложно, и это может быть опасно, и, конечно же, не рекомендуется. Нужно использовать точку забора образцов после выхода из миксера. В большинстве компаний эта точка устанавливается на выходе из бункера, под миксером.

### 12.2 Хранение образцов

Образцы компании, анализ которых не проведен в ближайшее время с момента отбора, должны храниться в сухом помещении для поддержания достаточного непрерывного доступа воздуха для проведения исследований.

## 13. БЕЗОПАСНОСТЬ

На комбикормовом заводе процедура контроля, как правило, применяется на практике.

К тем, кто осуществляет процедуру контроля на комбикормовом заводе, применяются такие правила безопасности:

- a. производственно-оперативный персонал должен ознакомиться с правилами безопасности, применяемыми к комбикормовому заводу;
- b. во время их пребывания на комбикормовом заводе, производственно-оперативный персонал обязан следовать правилам безопасности, установленных на предприятии.

## 14. Производство содержащего микротрейсер комбикорма

Специальные инструкции отсутствуют.

## 15. ЛИТЕРАТУРА

### 1. *The use of Microtracers to determine Completeness of Mix (Использование микротрейсеров для определения однородности смесей)*

The use of microtracers for the determination of the homogeneity of mixes  
David A. Eisenberg, President of Micro Tracers, Inc. of San Francisco

### 2. *Mix with Confidence*

Safe mixing (Безопасное смешивание)

David A. Eisenberg, President of Micro Tracers, Inc. of San Francisco  
International Milling Flour&Feed, June 1994

## 5.8 Процедура контроля за измерением переходящего остатка с использованием микротрейсеров путем взвешивания

### 1. СФЕРА ПРИМЕНЕНИЯ

См. ~~2.6~~ 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.

### 2. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Производственная установка: Производственная установка – это установка, которая подходит для приготовления комбикорма.

Микс с микротрейсером: Для исследования комбикорма, микс с микротрейсером содержит 4 кг кормовой извести или пшеничной крупы и 500 г микротрейсера. Следовательно, 500 г микротрейсера смешивается с 1 т комбикорма, что соответствует точности смешивания 1:2000.

### 3. ПРИНЦИП

Будет использоваться измерительного вещества, так называемого микротрейсера RF (элементарные частицы железа), со средним количеством частиц 1 000 000 на грамм. Что касается частиц микротрейсера, суть состоит в распределении частиц; среднее количество частиц варьируется, в зависимости от партии микротрейсера. Для определения количества исследуемых частиц, производится микс с микротрейсером, среднее количество частиц в котором точно определяется для используемого микротрейсера.

Количество частиц микротрейсера в отобранных образцах определяется путем отделения частиц микротрейсера от других частиц корма с помощью ротационного детектора. Для этого образцы нужно прогнать через ротационный детектор дважды.

Когда образец прошел через магнит, избыток убирается с фильтра с помощью щеточки / кисточки, аккуратно и с использованием ротационного магнита.

Извлеките фильтр из магнита и верните микротрейсер в пропитанную дегтем медную лодочку для взвешивания.

Примечание 1: Для корректировки «заводского железа», следует проводить измерения хотя бы трех пустых проб. В конечных расчетах нужно корректировать среднюю величину в соответствии с результатами исследования пустых проб.

Примечание 2: Добавляя микс с микротрейсером, следует соблюдать дозировку 500 г микса на тонну корма. Объем образца должен составлять 300-500 г.

### 4. ОБОРУДОВАНИЕ И ИНСТРУМЕНТЫ

См. ~~2.6~~ 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.

**5. НЕОБХОДИМАЯ ИНФОРМАЦИЯ О КОМПАНИИ**

См. 2.6 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.

**6. ДОБАВЛЕНИЕ МИКСА С МИКРОТРЕЙСЕРОМ**

См. 2.6 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.

**7. ОТБОР И ОБРАБОТКА ОБРАЗЦОВ**

См. 2.6 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.

**8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЧАСТИЦ МИКРОТРЕЙСЕРА**

Частицы микротрейсера из образца отделяются благодаря своим магнитным свойствам путем двойной фильтрации через ротационные детектор с ротационным магнитом. В то же время другие частицы с магнитными свойствами также отфильтровываются

Идентификация частиц микротрейсера осуществляется путем взвешивания.

Примечание 1: Для корректировки «заводского железа», следует проводить измерения хотя бы трех пустых проб. В конечных расчетах нужно корректировать среднюю величину в соответствии с результатами исследования пустых проб.

Примечание 2: Добавляя микс с микротрейсером, следует соблюдать дозировку 500 г микса на тонну корма. Объем образца должен составлять 300-500 г.

**9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ**

См. 2.6 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.

**10. ОТЧЕТНОСТЬ**

См. 2.6 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.

**11. ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ**

См. 2.6 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.

**12. ПРИМЕЧАНИЯ**

См. 2.6 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.

**13. БЕЗОПАСНОСТЬ**

См. 2.6 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.

**14. ОБРАБОТКА КОМБИКОРМА, СОДЕРЖАЩЕГО МИКРОТРЕЙСЕР**

См. 2.6 5.7 Контрольная процедура для измерения переходящего остатка с использованием микротрейсера.



**5.9 Процедура контроля за измерением переходящего остатка в производстве корма для животных с использованием метилвиолета**

Текст будет добавлен позже.

## 6 МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ОДНОРОДНОСТИ СУХИХ СМЕСЕЙ <sup>2</sup>

### 6.1 Вводная информация

Участник должен равномерно смешивать в кормах кормовые материалы, кормовые добавки и ветеринарные медицинские препараты в соответствии с требованиями п. 6.7.1.2 GMP+ B1 «Производство, торговля и услуги». Измерение однородности смесей проводится в соответствии с протоколами, изложенными в этом разделе.

### 6.2 Периодичность

Тест на однородность необходимо проводить на каждой установке для смешивания. Этот тест должен выполняться как минимум:

- При первом использовании оборудования
- В каждом случае существенных изменений в оборудовании
- Каждые 4 года.

### 6.3 Измерение однородности

#### 6.3.1 Общие сведения

Измерение однородности определяется статистически путем использования прямых или косвенных методов.

#### 6.3.2 Прямые методы

Прямые методы измерения однородности основаны на принципе подсчета частиц. В качестве измерительного вещества используются так называемые микротрейсеры. Для анализа гомогенности применяются два разных микротрейсера: микротрейсер F и микротрейсер FSS. Результаты этих методик анализируются как распределения Пуассона. Однородность выражается в качестве вероятности (v). Принцип применения этих методов описан в главе 5.

---

<sup>2</sup> Сухой комбикорм или сухие смеси. Смеси с применением жидкого корма, эмульсий, суспензий не входят в рамки сферы применения.

**Рекомендации**

*Пример расчета однородности с помощью прямого метода FSS. Дозировка микротрейсера FSS составляет 10 гр на тонну тестовой смеси.*

<b>Homogeneity Batch</b>	100 % filling dry, 50 Hz
Planned batch size:	5392
Overweight:	120
Real batch size:	5512
Addition of Microtracer Premix:	directly through an opening in the mixer on top of the mix
Time for emptying of pre-bin to mixer:	15 s
Dry Mixing Time:	90 s
Addition of Liquids:	0 s
Wet mixing time:	0 s
Total mixing time:	105 s
Sampling place:	after reddler before elevator
Number of Samples:	22
Sample Assayed, g:	20
Tracer Color:	FSS-red lake
Tracer Used per Metric Ton, g:	9,78

**Analytical results:**

Sample No.	Sampling time [s]	Microtracer Particle Count	Sample Assayed [g]	Corrected Particle Count
1	0	74	19,46	76
2	10	102	21,50	95
3	20	92	21,29	86
4	30	97	21,59	90
5	40	97	21,27	91
6	50	92	20,54	90
7	60	103	21,01	98
8	70	92	20,69	89
9	80	100	21,06	95
10	90	87	21,01	83
11	100	77	20,94	74
12	110	85	21,11	81
13	120	95	20,01	95
14	130	83	19,97	83
15	140	83	21,97	76
16	150	88	20,30	87
17	160	85	20,68	82
18	170	82	20,67	79
19	180	83	20,02	83
20	190	73	19,97	73
22	210	82	20,09	82
24	230	82	20,05	82

**Statistical Evaluation:**

Number of Data	22
Degrees of Freedom	21
Mean, Particles	85
Standard Deviation, +/- Particles	7
$\chi^2$ Chi-square =	13,02
<b>Probability, %</b>	<b>91</b>
Tracer Recovery, % =	104

**Mixing uniformity:**  
**Mixing is excellent.**

**Table 1: Definitions for Mixing Uniformity**

	direct tracer	indirect tracer
	Microtracer	example: Manganese
	Probability p	Coefficient of Variation cv
Mixing is excellent	> 25 %	< 5 %
Mixing is good	> 5 % - < 25 %	> 5 % - < 8 %
Mixing is acceptable	> 1 % - < 5 %	> 8 % - < 12 %
Mixing is incomplete	< 1 %	> 12 %

### 6.3.3 Косвенные методы

Косвенные методы измерения однородности основаны на **определении концентрации вещества** (микротрейсер RF Lake Blue, кобальт или добавка).

Косвенные методы:

- Метод с использованием микротрейсера RF Lake Blue
- Метод с использованием кобальта
- Метод с использованием трейсера на основе добавки (салиномицин)
- Метод с использованием микса из оксида марганца и высокобелковой и низкобелковой смеси

Применение этих методов приводит к результатам анализа, которые интерпретируются как случайное распределение. Однородность определяется коэффициентом вариации (КВ). Применение вышеуказанных косвенных методов должно соответствовать описанию главы 5. Вышеперечисленные методы должны применяться в соответствии с описанием в главе 5.

### 6.4 Интерпретация результатов однородности

В зависимости от используемого метода, результаты должны интерпретироваться на основе нижеуказанных ограничений.

Определение однородности с помощью прямых методов

Вероятность (В)	Оценка
$V \leq 1\%$	Недостаточная однородность
$1\% < V < 5\%$	Вероятность значительного отклонения. Невозможно сделать однозначное заявление. Необходимо повторить тест.
$V \geq 5\%$	Хорошая однородность

Определение однородности с помощью косвенных методов

Коэффициент вариации (КВ)	Оценка
$KB \leq 8\%$	Хорошая однородность
$8\% < KB < 12\%$	Приемлемая однородность
$KB \geq 12\%$	Недостаточная однородность

В случае если по результатам расчета, однородность смеси оценивается как недостаточная, участник GMP+ должен:

- Составить отчет с указанием вероятной причины
- Выполнить корректирующие меры
- Провести новый тест на однородность, чтобы убедиться в

эффективности принятых мер, которые обеспечивают хорошую однородность.

**GMP+ International**

Braillelaan 9  
2289 CL Rijswijk  
The Netherlands

t. +31 (0)70 – 307 41 20 (Office)  
+31 (0)70 – 307 41 44 (Help Desk)  
e. [info@gmpplus.org](mailto:info@gmpplus.org)

Ограничение ответственности:

Эта публикация размещена с целью предоставления заинтересованным сторонам информации о стандартах GMP+. Сведения будут регулярно обновляться. GMP+ International B.V. не несет ответственности за какие-либо неточности в данной публикации.

© GMP+ International B.V.

Все права защищены. С информацией, содержащейся в данной публикации, можно ознакомиться, скачать и распечатать в личных, некоммерческих целях. Использование в других целях возможно только с предварительного письменного разрешения GMP+ International B.V.