

# ОРГАНИЗАЦИЯ ЛАБОРАТОРИИ НА ПРЕМИКСНОМ ПРОИЗВОДСТВЕ

**М. ФИЛИППОВ**, канд. биол. наук,  
директор по качеству  
ООО «Коудайс МКорма»

**Е. КУЗЬМИНА**,  
заведующая ПТЛ НПАО «Де Хёс»

Лаборатории в комбикормовой отрасли можно условно разделить на три группы: лаборатория комбикормового производства, лаборатория премиксного производства и лаборатория при этих производствах для анализа грубых и сочных кормов для крупного рогатого скота. Все они выполняют схожие и зачастую пересекающиеся задачи, но у каждой группы есть свои нюансы, связанные как с особенностями пробоподготовки анализируемых образцов, так и с обязательным перечнем проводимых анализов.

Мы расскажем об организации работы в лаборатории премиксного производства.

Каждый владелец предприятия решает для себя, надо ли иметь свою лабораторию или пользоваться услугами независимых. Не последний фактор при этом — финансовая составляющая. Ведь для создания собственной лаборатории необходимо, в зависимости от поставленных целей, одновременно вложить в ее оснащение (приборы, оборудование, лабораторная мебель) и реконструкцию помещений от 10 млн до 500 млн руб. Это с одной стороны.

С другой стороны, собственная лаборатория — это «глаза» компании, «следящие» за входящим сырьем и производимой готовой продукцией, надежно контролирующие их качество и безопасность, причем в режиме «реального времени». Безусловно, пользование услугами независимой лаборатории не потребует солидных вложений, но задержка с получением результатов анализа может составить от недели до месяца.

Хотелось бы отметить, что собственная лаборатория премиксного производства никогда не будет приносить ему прибыль, она создается для другой цели — стоять на страже производства качественного продукта, тем самым помогая предприятию избежать серьезных убытков.

Премикс занимает в составе комбикорма всего 0,5–3% физического объема и в то же время является наиболее затратной его частью, поскольку содержит комплекс дорогостоящих компонентов. В связи с этим, а также с обеспечением гарантии качества готовой продукции, основная задача лаборатории на премиксном производстве осуществлять жесткий контроль входящего сырья, технологического процесса (гомогенность смешивания и перенос по производственной линии) и готовой продукции. Лабораторный контроль кормовых добавок, входящих в состав премиксов, подразумевает определение наиболее важных показателей: содержание жирорастворимых и водорастворимых витаминов, аминокислот, микроэлементов, активность ферментов. При этом следует учитывать, что для вкусовых и ароматических добавок, органических кислот, адсорбентов, кормовых красителей нет арбитражных методов анализа, что делает их проверку либо невозможной, либо малоинформативной.

**Анализ жирорастворимых витаминов в сырье и премиксах.** Определение содержания витаминов А, D<sub>3</sub> и Е в препаратах их содержащих (сырье) и премиксах проводят методом ВЭЖХ в нормальной или обращенной фазе

по ГОСТ 32043-2012 «Премиксы. Методы определения витаминов А, D, Е». При этом необходимо помнить, что предварительное омыление обязательно как для сырья (коммерческих форм витаминов), так и для готовой продукции (премиксов). Анализ витамина К<sub>3</sub> проводят фотометрическим методом по ГОСТ 31486-2012 «Премиксы. Метод определения содержания витамина К(3)». К сожалению, данный ГОСТ распространяется только на премиксы и не применим для анализа чистого препарата.

**Анализ водорастворимых витаминов в сырье и премиксах.** Витамины группы В (В<sub>1</sub>, В<sub>2</sub>, В<sub>4</sub> и В<sub>5</sub>) определяют в соответствии с ГОСТ 32042-2012 «Премиксы. Методы определения витаминов группы В (с Поправкой)». Витамины В<sub>1</sub> и В<sub>2</sub> определяют флуоресцентным методом или методом ВЭЖХ, витамин В<sub>4</sub> — колориметрическим методом, витамин В<sub>5</sub> — колориметрическим методом или методом ВЭЖХ. При использовании метода ВЭЖХ для витамина В<sub>5</sub> необходимо суммарно учитывать два пика в хроматограмме — соответствующих никотиновой кислоте и никотинамиду, так как витамин В<sub>5</sub> в премиксе может быть представлен в обеих формах. Для определения в премиксах витаминов В<sub>1</sub>, В<sub>2</sub>, В<sub>3</sub>, В<sub>5</sub>, В<sub>6</sub>, В<sub>с</sub> и С применяется метод капиллярного электрофореза, описанный в ГОСТ 31483-2012 «Премиксы. Определение содержания витаминов: В(1) (тиаминхлорида), В(2) (рибофлавина), В(3) (пантотеновой кислоты), В(5) (никотиновой кислоты и никотинамида), В(6) (пиридоксина), В(с) (фолиевой кислоты), С (аскорбиновой кислоты) методом капиллярного электрофореза (с Поправкой)». Однако предел воспроизводимости для данного метода (допустимые расхождения между результатами разных лабораторий) составляет от 25 до 59%, при том что аналогичный показатель для указанного выше ГОСТ 32042-2012 равен 15%.

**Анализ аминокислот в сырье и премиксах.** Для анализа аминокислот в сырье (синтетические или «свободные» формы) и премиксе используют метод ВЭЖХ в соответствии с ГОСТ 32195-2013 (ISO 13903:2005) «Корма, комбикорма. Метод определения содержания аминокислот». Данный ГОСТ распространяется как на готовые корма, так и на сырье и премиксы. Различие в том, что при анализе премиксов и кормовых добавок в виде свободных аминокислот не требуется предварительный гидролиз — достаточно провести экстракцию соляной кислотой с последующим осаждением азотистых макромолекул сульфосалициловой кислотой. Это ускоряет анализ и позволяет оценить качество коммерческих препаратов аминокислот и премиксов в течение 4–5 часов.

**Анализ микроэлементов в сырье и премиксах.** При анализе содержания микроэлементов в сырье и премиксах используют два действующих стандарта: ГОСТ 26573.2-2014 «Премиксы. Методы определения марганца, меди, железа, цинка, кобальта» (фотометрический метод и метод атомно-абсорбционной спектроскопии) и ГОСТ Р 56372-2015 «Комбикорма, концентраты и премиксы.



*А.А. Матвеев,  
генеральный директор завода НПАО «Де Хёс»*

Определение массовой доли железа, марганца, цинка, кобальта, меди, молибдена и селена методом атомно-абсорбционной спектроскопии». Следует учитывать, что более высокая чувствительность атомно-абсорбционного метода может быть избыточна для анализа минерального премикса, содержащего в своем составе большое количество таких микроэлементов, как медь, цинк, железо и марганец. Чтобы «попасть» в валидированный диапазон измеряемых данным методом концентраций, потребуются многократные разбавления исходных «минерализатов», поскольку уменьшать навеску образца нельзя. Это внесет в окончательные результаты анализа дополнительную «погрешность разбавления» (от нормируемой по ГОСТ).

**Анализ ферментов в сырье и премиксах.** Одним из самых сложных анализов для лаборатории является определение активности кормовых ферментов (фитаза, глюконаза, ксиланаза, целлюлаза и протеаз) в исходных препаратах и премиксах. Производители ферментов разрабатывают для своего продукта специальную методику (с оптимальными значениями температуры, pH, концентрацией субстрата и др.), при использовании которой фермент данной компании показывает наилучший результат по активности. Для анализа фермента другого производителя данная методика уже не подходит, так как у него иные оптимальные параметры.

Есть утвержденные стандартные методы определения активности ферментов в ферментных препаратах: ГОСТ 31487-2012 (фитаза), ГОСТ 31488-2012 (ксиланаза), ГОСТ 31662-2012 (целлюлаза). Действующий ГОСТ 26573.0-2017 «Премиксы. Технические условия» предлагает использовать данные методы и при анализе премиксов. Для анализа фитазы в кормах для животных есть ГОСТ Р ИСО 30024-2012.

**Анализ негарантированных показателей в сырье и премиксах.** В соответствии с ГОСТ 52356-2005 «Премикс.

Номенклатура показателей» показатели качества премиксов делятся на гарантированные и негарантированные. Это не означает, что производитель не вводит компоненты с «негарантированными» показателями в премикс. Просто пока нет разработанных и, самое главное, стандартизированных (валидированных) методов анализа данных показателей, поэтому их количество в премиксе невозможно достоверно проверить. Это относится, например, к ряду витаминов группы В, йоду, глюконазе, протеазе и др. В этом случае можно применять методики, предложенные производителями данных компонентов, либо невалидированные методики, представленные на рынке производителями лабораторного оборудования. Однако эти исследования могут быть использованы только для внутренних нужд компании (контроль дозирования и/или смешивания компонентов, стабильность при хранении), и они не являются арбитражными, поэтому их результаты не могут применяться для выставления претензий производителям или поставщикам.

**Анализ ненормируемых показателей для сырья и премиксов.** Если премикс содержит аминокислоты и отруби, то теоретически можно определить в нем массовую долю сырого протеина (количество общего азота, умноженное на коэффициент 6,25). Однако данный показатель в премиксе не нормируется, и поэтому результаты его определения не будут иметь юридической силы в случае выставления претензии по качеству. Указанное в качественном удостоверении производителя количество сырого протеина носит справочный характер для расчета рецептов комбикорма. Кроме того, оно рассчитано с учетом добавочного эффекта матриц ферментов. И получается, что содержание «виртуального» сырого протеина оказывается выше фактического. Все это относится и к содержанию в премиксе кальция и фосфора. Именно поэтому данные показатели в премиксе не нормируют и не контролируют.

Часто покупатели премикса пытаются контролировать в премиксе содержание поваренной соли, определяя его через хлориды. Но при этом забывают, что хлориды в премиксе представлены не только поваренной солью, но и лизин гидрохлоридом, холин хлоридом, тиамин гидрохлоридом и другими хлорсодержащими соединениями. Математический пересчет суммарных хлоридов в поваренную соль здесь неправилен. Анализ прочих ненормируемых показателей, таких как некоторые катионы и анионы, сырая зола, металломагнитная примесь — это пустая трата времени, так как данная информация «юридически ничтожна». Невозможно выставить претензию по несоответствию качества премикса качественному удостоверению для ненормируемых показателей.

**Требования к оборудованию.** Указанные выше задачи требуют, чтобы в лаборатории премиксного производства в наличии было современное, точное и высокотехнологичное оборудование: жидкостные хроматографы (2–3 ед.), атомно-абсорбционный спектрометр, спектрофотометр и/или фотометр (2 ед.), флуориметр (анализ витаминов В<sub>1</sub> и В<sub>2</sub>), профессиональная лабораторная мельница с возможностью обеспечения калиброванного размола образцов продукта с частицами размером 0,5 и 1 мм, а также наличие вспомогательного оборудования: рН-метр, центрифуги, встряхиватели, сушильные



*Е.А. Кузьмина,  
заведующая ПТЛ НПАО  
«Де Хёс»*



шкафы, муфельная печь, электрические плитки для озоления, титраторы, автоматические дозаторы и диспенсеры, магнитные мешалки, дистиллятор, бидистиллятор или прибор для очистки воды до уровня «Milli Q» (для жидкостных хроматографов и атомно-абсорбционного спектрометра), одноразовые микрофильтры, стандартные наборы растворов витаминов, аминокислот, микроэлементов и др.

Помимо этого, в лаборатории должна быть установлена система приточно-вытяжной вентиляции и минимум шесть вытяжных шкафов. Приточную вентиляцию необходимо оборудовать устройством подогрева входящего воздуха в зимний период (для предотвращения простудных заболеваний у сотрудников). Летом должна функционировать система охлаждения воздуха, так как многие приборы работают в диапазоне температур 20–25°C.

Система водоснабжения и канализации лаборатории должна быть снабжена фильтрами как для входящей используемой воды (защита систем охлаждения оборудования от высокого содержания кальция и железа), так и для очистки лабораторных стоков (экологические требования).

**Требования к персоналу.** Лаборатория премиксного производства проводит сложные химические исследования с использованием дорогостоящего оборудования и множества методов анализа. Это требует наличия специалистов, обладающих знаниями на уровне выпускника химического факультета ВУЗа и опытом практической работы. Либо это могут быть специалисты со средним специальным профильным образованием, но прошедшие курсы повышения квалификации по данной специальности и имеющие опыт работы на аналогичных приборах. Сейчас на рынке труда свободных специалистов такого уровня практически нет. «Мокрая химия» (арбитражные химические методы) для анализа витаминов, аминокислот и микроэлементов — это не экспресс-анализ стандартного сырья при помощи ИК-спектрометров и тест-полосок на микотоксины, для которых не требуется высокой квалификации пользователя. В отличие от них при применении «мокрой химии» важны не только аккуратность в проведении исследований с точным следованием методике, но и фундаментальные знания химии, желательны и физики, для правильного приготовления растворов, калибровки



приборов, оценки проведения исследований, а также для получения достоверных результатов.

**Требования к организации работы лаборатории.** И все-таки для полноценной работы лаборатории недостаточно оснастить ее высокоэффективным оборудованием и набрать грамотных специалистов — необходимо обязательное внедрение системы качества. Это не только аккредитация лаборатории и регулярный внутренний контроль работы специалистов с использованием карт Шухарта (ГОСТ Р 50779.42-99/ИСО 8258-91 «Статистические методы. Контрольные карты Шухарта»). Нужна также регулярная оценка качества работы поставщиков химических реактивов, периодическая поверка и калибровка измерительных приборов, аттестация испытательного оборудования, участие в «кольцевых» тестах с другими лабораториями, внутренние и внешние аудиты, тренинги и повышение квалификации для сотрудников и руководства лаборатории.

**Наша лаборатория.** Лаборатория НПАО «Де Хёс» — это не просто лаборатория премиксного производства, отвечающая указанным выше критериям. Функционал лаборатории расширен для анализа зерна, мучнистого сырья и кормов — на территории премиксного предприятия расположен завод предстартерных кормов. Это анализы на содержание протеина, жира, клетчатки, кальция, фосфора, хлоридов, антипитательных факторов и др. Лаборатория активно участвует в производственных экспериментах по изучению технологичности новых видов компонентов премиксов, а также стабильности биологически активных веществ (витаминов) в различных типах смесей в процессе хранения. На базе лаборатории регулярно проводятся стажировки на рабочих местах (освоение тонкостей методов анализа) для специалистов-химиков компаний, являющихся нашими клиентами. ■