



MICRO TRACERS, INC.

1370 Van Dyke Avenue, San Francisco, California 94124 U.S.A.

Tel: (415) 822-1100 Fax: (415) 822-6615

EMAIL: MICROTRACE@AOL.COM

文件BB

微量示踪剂F及其在保障混合配合饲料质量中的应用¹

大卫·爱森伯(David Eisenberg)²

摘要

微量示踪剂已经在美国以及其他地方的市场上活跃了多年，但是也只是在最近才出现在欧洲大陆。而且，也只是在最近几年一些大型的医药公司把微量示踪剂加到药物预混料中以造福于饲料生产厂家。

本文简短地描述了微量示踪剂F在保障混合配合饲料质量中的应用。这些应用包括：测定混合均匀度、测定批间清理程度、表征在饲料中的关键微量配料以及鉴定含这些配料的带专利的预混料与饲料。与以前比较，现在的消费者和政府官员更热衷于加强对含药饲料的使用管理。微量示踪剂则提供了解决这个问题的一个办法。用微量示踪剂来表征药物预混料，这样可以使饲料厂家能对饲料进行大规模的现场测定以确定该药物在饲料中的存在。当某种药物可能对其他动物或禽类有害时(例如抗球虫药Nicarbazin在蛋鸡饲料中、盐霉素在火鸡饲料中以及莫能菌素钠在马饲料中等等)，这样做具有重大的经济效益和社会效益。当某种药物在食品中的残留量有严格规定时，这样做可大大减少由于喂错饲料而造成的畜禽肉类的药物残留量过多的事故。如果用传统的化学分析方法，进行大规模的现场测定是不可能的。

微量示踪剂F是位于美国加州旧金山的微量示踪剂公司(Micro Tracers, Inc.)的专利产品。该产品是大小均匀的上了食品色素的铁粒子，可以在多个方面对混合配合饲料的质量作保障。其主要用途有：测定混合均匀度、测定饲料制造设备批与批之间的清理程度、对饲料中的关键的微量配料作标志、鉴定饲料添加剂以及含该添加剂的专利饲料。

¹ 原文(英文)发表于1992年《饲料技术进展 Advances in Feed Technology》1992年第7期78页至84页，标题是“Microtracers (tm) F and their Uses in assuring the Quality of Mixed Formula Feeds”，2000年5月版。

² 微量示踪剂公司总裁

1. 测定混合均匀度

多年的实践证明微量示踪剂很适合用以测定混合均匀度。与其他方法比较起来，微量示踪剂有多个优点。为了明白微量示踪剂在测定混合均匀度中的优越性，我们先来看看检测混合机的一般方法。

1.1 检测混合机的四个步骤

要检测一个混合机，一般至少需要四个步骤：

- a. 确定示踪剂(一种或多种)，
- b. 从混合物中取样，
- c. 分析样品，
- d. 解释结果。

1.2 示踪剂的选取

理想的示踪剂应处于与关键的微量配料(即维生素、矿物质或药物)类似的微量水平。一般地，如果微量配料在饲料中已混合均匀，就可以认为常量配料也已混合均匀；相反，如果常量配料在饲料中已混合均匀，却并不能认为微量配料也已混合均匀。使用微量示踪剂时，在每吨饲料中的加进量不超过50克，因此微量示踪剂满足作为微量添加剂的要求。

与微量配料的加入方式类似，微量配料一般也是先同载体预混，然后再以每吨饲料加半公斤的比例加到饲料中。一般地，在用于检测混合均匀度之前，先把微量示踪剂与玉米粉、食盐或维生素、矿物质或药物的预混料混合。

加料位置也是一个关键因素。一般饲料厂会首先在他们现有的加料位置加进示踪剂，有时他们也会改变加料位置以得到较好的混合结果。

对某些混合机(例如桨型)，在混合机的两端分别加不同的示踪剂会得到较明显的结果。表一是这种混合机的一个测定结果。

对于混合均匀的饲料，每一示踪剂能出现这种数据的可能性少于0.05%(即每一万次试验中出现次数少于5)。这种数据表明了混合不均匀。如果把加料点改在混合机的中心部位或者靠近中心的某一位置，混合均匀度会有很大的改进。

表一、某混合机的测定结果(直接从混合机取样)

	东端 (红色示踪剂加入点)	中心	西端 (蓝色示踪剂加入点)
红色示踪色斑数	155*	71	36
蓝色示踪色斑数	57	59	106

*每吨饲料加入红、蓝示踪剂各50克，分析样品每次80克，理论色斑数每次每色100个。

1.3 样品的提取

要评估混合机的性能，样品的提取应该直接从混合机中、抑或在最靠近混合机的生产系统上。每一样品应一次取足而不是多次加成，因为加成的样品不能代表饲料的真实情况。每个样品的大小应足以作重复实验。一般每个样品有200克就可以了，因为每次只检测50到80克。

如果取样点是在出料口或者在生产系统中的某一个位置，这样取来的样品有可能包含有另一批的饲料。

1.4 样品的分析

旋转检测仪(磁力分离器)可以将微量示踪剂从饲料中分离出来。经去磁使示踪剂粒子不结块后，将微量示踪剂撒布于一张大的预先滋润了显影液的滤纸。显影液一般是50%的乙醇溶液，可溶解示踪剂上的色素。当示踪剂上的色素开始在滤纸上显示色斑时，将滤纸干燥，滤纸干后作记号并数色斑数。实践得知，对于含两种示踪剂的饲料样品，每小时可以分析12个样品而每个样品可得每种色斑数100个左右。这个要比分析维生素、矿物质或药物简单得多和快得多。由于可以在不同的混合时间或加料点加入不同的示踪剂，分析一次就可以得到两套或多套的不同混合时间或不同加料点的数据。而且，如果有必要，微量示踪剂的测试可以在饲料生产设备现场进行。当用于诊断混合问题时，这样做是十分有用的，因为可以立刻反馈信息来制定下一步的试验。

1.5 结果的解释

微量示踪剂测试所得的色斑数可以用泊松粒子统计分布来解释。如果所得的色斑数目分布反映了泊松分布，这个混合物就认为是已经混合均匀。如果结果表明每100次中有1到5次属于均匀混合，就认为这个混合物有可能没有混合均匀。如果结果表明每100次中只有不到1次属于均匀混合，就认为这个混合物没有混合均匀。

下面这些数据代表着典型的混合均匀：

红色斑——87, 86, 77, 73, 97, 93, 87, 85, 83, 80, 104

分析可得：

$$n = 11 \text{ (样品数)}$$

$$\text{平均值} = 86.5$$

$$\chi^2 \text{ (卡方值)} = 9.1$$

$$\text{混合均匀的概率} = 0.437$$

$$\text{变异系数} = 10.3\%$$

$$\text{理论变异系数} = 10.9\%$$

所得概率大于5%，说明混合均匀。

下面这些数据代表着典型的混合不均匀：

红色斑——49, 136, 90, 82, 98, 144, 97, 92, 111, 64, 90

分析可得：

$$n = 11$$

平均值 = 95.7

$\chi^2 = 79.7$

混合均匀的概率 < 0.0005

变异系数 = 28.9%

理论变异系数 = 10.2%

所得概率小于1%，说明混合不均匀。

必需指明的是上述数据来自某一饲料厂的测试结果。前一组是一个新装的带式混合机用三分钟的时间来混合五吨肉仔鸡(broiler)饲料的数据。后一组是一个已用了四年的带式混合机作同样测试的数据。两次测试都是在靠近缓冲仓的螺旋传输器上取样。测试时都注意到缓冲仓或传输器上并没有其他批次的饲料。

因为微量示踪剂的测试比较便宜而速度快，一些饲料生产厂已大规模地应用它来调校他们的混合机。他们会连续作多个批次的混合实验，一共取有200个或更多的样品，已求尽量微小地调整混合指标。这些指标不单单是混合时间，也包括批量的大小、微量配料的加料位置、混合机的转速和饲料的颗粒尺寸(粗粒饲料可能需要较长的混合时间)。

由于各个饲料加工设备条件会很不一样，因此应很大程度上需凭常识来设计混合机的检测实验。通常，当饲料加工厂作混合机测试时，同时会对其微量配料加料系统的性能(是否每批都加入同样量)以及批与批之间的清理程度作测试。

2. 测定示踪剂的批间滞留以评估饲料生产过程的清理程度

微量示踪剂已经成功地被很多饲料生产厂家用于评估饲料生产过程的批间清理程度，特别是在已烯雌酚(DES)和硫胺甲基嘧啶(SM)还在广泛地应用的时候。一般来讲，饲料生产厂家会以每吨饲料50克的比例把示踪剂加到第一批饲料中(含药物)，然后再做一批或多批不含药物的饲料。饲料厂于是从这些饲料中取样作微量示踪剂测定。因为很多药物的分析方法并不适合用来定量地分析饲料中的痕量的药物滞留量，所以在很多情况下并不能把分析所得的微量示踪剂的滞留量与药物的滞留量定量地关联起来，但是，微量示踪剂的检测结果几乎总能定性地反映出所表征的药物。下面就以一个预混料生产厂的测试结果来说明(表二)。

实验时先做了批号1。在该批含227公斤美国Cyanimid ASP-250(硫胺甲基嘧啶)的1134公斤预混料中加了10公斤微量示踪剂F-红。接着做了五批冲洗和四批后续的饲料。在出料口分别对每批饲料取四个样，并从所取的每一样品中取一部分在现场做微量示踪剂测定，其余部分送美国Cyanimid公司作硫胺甲基嘧啶的化学分析。化学分析的结果在送出样品约两星期以后收到。以下列举一些表二所用到的数据：

批号1：分析1.66克样品得到示踪微粒259个

冲洗1：分析80克样品得到示踪微粒363个

冲洗5：分析800克样品得到示踪微粒20个

后续1：分析800克样品得到示踪微粒9个

后续4：分析800克样品得到示踪微粒4个

表二、滞留情况的测定——微量示踪剂F-红与粉状硫胺甲基嘧啶的分析结果

批号	饲料批重 公斤	每公斤饲料 示踪粒子数	百分含量*	硫胺甲基嘧啶 ppm	百分含量*
1	1134	156000	96.7	8800**	94.2
冲洗	136	4540	2.8	331	3.6
冲洗	136	511	0.3	82	0.9
冲洗	136	110	0.07	65	0.7
冲洗	136	119	0.07	32	0.3
冲洗	136	24	0.02	10.6	0.1
后续	1134	11	0.01	1.7	0.02
后续	1134	20	0.01	19.4	0.2
后续	1134	4	0.003	2.4	0.02
后续	1134	4	0.003	2.5	0.02

* 以单位含量计算。

** 硫胺甲基嘧啶在批号1中的含量并没有测定，故其标称含量就假定为化学分析的结果。

如果所分析的样品量更大，示踪剂的测量极限可以更低（即可测出更低含量的示踪剂）。但是，从这次测定可看出，示踪剂的结果低估了药物的批间滞留量，其原因可能是粉状的硫胺甲基嘧啶具有很高的静电而示踪剂则没有。如果以颗粒状的硫胺甲基嘧啶来重复实验，示踪剂与硫胺甲基嘧啶的测定结果将能得到比较好的线性关系。

就象很多饲料工厂发现取 200 个或更多的样品来测定微量示踪剂更有利于评估混合的均匀度一样，他们同样发现测定大量的样品更有利于评估饲料的批间滞留情况。冲洗多少次以及每次批量为多少才合适？需要怎样的后续过程来最大限度地减少药物对后续批次的污染？这些问题正好由微量示踪剂的测定结果来回答。饲料工厂经常用示踪剂作为扫描工具来确定有问题的样品，而示踪剂的结果都可由以后的药物分析证实。

用微量示踪剂作定期的混合均匀度和设备清理程度的测定，其费用是微乎其微的。就算一次加入的量很大，但是加示踪剂的批次是有限的。因此微量示踪剂已经广泛地应用于对饲料生产设备作定期的测定。但是，微量示踪剂的最重要的用途，却是给预混料和成品饲料中的关键微量配料（即维生素、矿物质和药物）提供内在的标签以作经常性的大规模的产品鉴定，这将在下面说明。

3. 应用微量示踪剂来表征饲料中关键微量配料的存在以备日常质量鉴定

十多年以来，微量示踪剂已被广泛地加到维生素和矿物质预混料之中，不仅用来表征这些预混料在成品饲料中的存在同时也用来表征这些成品饲料（即饲料品种、生产日期或特殊配料——幼稚期饲料、生长期饲料或完成期饲料）。最近几年来，大型的药物公司则开始在他们的药物预混料中加入示踪剂，这样饲料厂可以对每一卡车的饲料作微量示踪剂测定以确定药物添加剂在饲料中的存在。

第一个这样应用微量示踪剂的公司是在佐治亚州得益市 (Gainesville, Georgia) 的农生公司 (Agri-Bio Corporation)。他们应一家大型的家禽饲料厂的要求，在Biocox盐霉素预混料中加入一种特殊的微量示踪剂。这个家禽饲料厂是美国最大型的以及技术最先进的。他们主要生产肉鸡和火鸡饲料。不幸的是，这家工厂发生了几起这样的事故：把含有Biocox的饲料送去喂火鸡。很多火鸡因此而死去，造成了巨大的经济损失以及社会对家禽行业的担忧。从此以后，为了尽可能避免发生错误，该饲料厂制定了一个新的操作规则：每一个卡车司机要对每一卡车火鸡饲料作示踪剂测定。如果以前能对该药物有恰当的安全防范措施，那么每年也只可能发生一次这样的错误，而95%的这样的错误将不会发生。自从实行了新规则以后的五年内，每年有两千多车饲料做了示踪剂测定而只发生过一起饲料误运事故。在这一起事故中，卡车司机没有对饲料作示踪剂测定（没有保留一份样品和测试结果）。同时，调度员也没有注意到卡车司机没有作示踪剂测定。事故发生以后，对该批饲料作示踪剂测定，发现示踪剂的含量与加了Biocox的饲料的正常含量一致。通过对盐霉素作化学分析，该批饲料中Biocox的含量在两三个星期以后得到证实。

由于在一个家禽饲料厂证实了微量示踪剂可以用来作为内在的产品标签以作日常测定，农生公司也开始在卖给其他家禽饲料厂的肉鸡和火鸡的预混料中加入示踪剂。有五到六家大型的饲料厂采纳了这种方法：在饲料中加入示踪剂并不停地检测火鸡饲料中是否含有示踪剂。

在此以后不久，MSD Agvet (Merch公司的分部)开始对这种想法感兴趣：加“独特”的微量示踪剂到他们的Nicarbazin预混料，这样可以作为专利产品以鉴定他们的预混料和含该预混料的饲料，并能让饲料厂快速测定饲料中所含的这种药物。Nicarbazin是一种很好的适用于肉鸡的抗球虫药，但如果喂给蛋鸡，却能破坏蛋壳。每起这样的药物事故能造成二十五万美元或者更高的损失。如果加错配料或者送错饲料，损失是非常大的。因此，在美国有很多饲料厂拒绝考虑使用这种药物。

MSD Agvet 开始于1987年在Nicarbazin预混料里加入“特殊蓝”示踪剂。他们是第一家这样做的药物公司：在药物中加入微量示踪剂，这样可以对示踪剂作经常性大规模的测定来保障药物能恰当地加到饲料中。

此后不久，美国新泽西州的 Hoechst-Roussel AgriVet 公司开始在他们的抗球虫药预混料 Stenorol 氢溴酸常山酮(halofuginone hydrobromide)中加入“特殊橙”示踪剂。虽然这种药物对一般的禽兽没有不良作用，但是美国法规所允许的在家禽组织中的残留量很低。更有甚者，现有的分析方法对于家禽组织是非常灵敏的但对于饲料则不。饲料厂家面临着一个不可解决的问题：因为他们不能快速并且准确地测定饲料中该药物的含量，他们出售的家禽会很容易含有过高的药物残留量而被谴责。Hoechst公司制定了一种解决办法——在药物中加入示踪剂，这样饲料厂可对每一卡车的肉鸡和火鸡饲料作示踪剂测定以便在送往农场之前就能胸有成竹地知道该饲料是否含

有这种药物。因此，每当觉得球虫病要来临时，很多饲料厂就感觉到了用示踪剂来表征抗球虫药的可贵之处。

最近，Ely Lilly公司的Elanco分部，Pfizer公司以及其他公司已经开始了或者是在他们的药物中常规地使用微量示踪剂，或者是为饲料厂提供一项可选项：在顾客要求时在药物预混料中加入示踪剂。当微量示踪剂用于药物的常规测定时，一般在每吨预混料中加入示踪剂两到五克，其成本也就十美分。如果每次分析的样品量较大，示踪剂的加入量还可以减少。加拿大的Pfizer公司提议每次测试五百克样品以确保微量示踪剂的测定结果能定量地描述饲料中的Coxistat盐霉素。

那么，以微量示踪剂来表征饲料添加剂的可靠性如何？这个问题可以由表三的数据来回答（数据来自某饲料厂）。

从表三得知，在七批含Biocox盐霉素的样品中总共发现了231个示踪剂粒子，而在23批不含Biocox盐霉素的样品中发现了11个示踪剂粒子。这个数据表明了在不含Biocox盐霉素的饲料中发现了1.37%的加到含Biocox盐霉素的饲料中的示踪剂。这个数据提出了一个问题：在不应有示踪剂的饲料中发现了痕量的示踪剂。这个问题该如何解决？从表三看出，在不应有示踪剂的饲料中所能得到的示踪剂数目顶多也就只有在加有示踪剂的饲料中所得到的示踪剂数目的十分之一或更少，因此这个问题很好办。一般来讲，饲料厂会建立一个认可与拒绝的标准，必要时还包括作一个重复实验、与标准样比较和每天至少用已知的含有示踪剂的样品作一次示踪剂测定等，以保证该办法的可行性。

经常性地作微量示踪剂测试以检验所表征的饲料添加剂，这样做有何前景？有一个在美国的大型家禽饲料厂，他们每一次用抗球虫药时都加有微量示踪剂，同时不但检测送到饲料加工厂的每一卡车饲料，而且还检测送往农场的每卡车的蛋鸡饲料。自从他们采用了这种方法以后，三年多以来一直没有发生过事故。

3.1 示踪剂的其他应用

前面已讲到微量示踪剂可用于表征饲料添加剂以及含该添加剂的专利饲料。虽然很多这样的示踪剂已众所周知（随着MSD Agvet公司在Nicarbazin预混料中使用示踪物），但是有几种示踪剂还属于秘密而只有饲料添加剂的生产厂知道。

微量示踪剂RF-Se-4%是很独特的示踪剂。这种产品含有大约92%的食品级还原铁、8.76%的亚硒酸钠以及痕量的碳酸钠。这种产品可以作为硒的添加剂加到预混料中或与其他载体混合而作为硒预混料。当预混料厂家想知道某一批预混料的硒含量时，只需要通过取样，用磁铁把磁性材料从样品中分离出来，然后用分析天平称示踪剂重量，就可算出预混料的硒含量。很多配料可以用这种办法配制，配料的含量可通过称示踪剂重量来折算，这种方法常常比作一般化学分析所得的结果要准确得多和可靠得多。

3.2 示踪剂的前景

微量示踪剂公司拥有含有示踪剂的微量配料 Microingredient Containing Tracers专利。该专利所描述的配料含有大约30%的微细铁粒子、60%的惰性载体、1%的食品色素和9%的药物或其他饲料添加剂。这样做可保证从饲料中提取的添加剂处于比较纯的状态。因为所含的色素可使湿

表三、三十批饲料(其中七批含Biocox盐霉素)的微量示踪剂测定结果

批号	是否含Biocox盐霉素	示踪剂粒数*
1	是	34
2	否	2
3	否	1
4	否	1
5	是	37
6	否	0
7	否	2
8	否	0
9	否	0
10	是	39
11	否	1
12	否	0
13	是	27
14	是	30
15	否	1
16	否	0
17	否	0
18	否	0
19	否	0
20	是	32
21	否	0
22	否	0
23	否	0
24	否	0
25	否	0
26	否	1
27	否	0
28	是	26
29	否	2
30	否	0

* 微量示踪剂F-自然黄在每吨饲料中加入5.5克，每次样品分析量介于212至302克之间。

试纸着色，所以可在现场检验该添加剂。而且，所提取的示踪剂还可以送去用化学方法或者微生物方法作添加剂的分析。这个就是这种示踪添加剂优越于一般的添加剂的地方。

要使饲料的生产和运输不出现过失是不现实的。使用微量示踪剂可以避免这样的事故的发生，而其费用远远小过事故所造成的损失，因此我们可以利用示踪剂技术来减少事故的发生和所造成的损失。

参考文献

1. "Microtracers Control the Quality of Mixed Rations"; Dr. Simon Shane, Louisiana State University; Feed Management, December 1982.
2. "Problems With Mixing"; Professor Robert McElhiney, Kansas State University; Feed International, May 1982.
3. "Intermediate Drug Mixing"; Professor Robert McElhiney; Kansas State University; Feed Management; June 1982.
4. "Study of a Constant Flow Device"; Dr. Paul Weibel, University of Minnesota; Gobbles, April 1983.
5. "Comparison of Homogeneity Tests"; Buhler Brothers, Uzwil, Switzerland; Feed International, March 1984.
6. "Microproportioning"; Professor Robert McElhiney, Kansas State University; Feed International, March 1990.
7. “含有示踪剂的微量配料”；西尔万·艾森伯格(Sylvan Eisenberg)，中华人民共和国发明专利第3071号，1989年；专利号(申请号)：86 1 02668.3.

微量示踪剂测定饲料混合均匀度的应用研究

杨黎明¹ 田河山¹ 俞成² 杨君宏³ David Einsenberg⁴

联系电话: 68975905

为了保证饲料产品质量,混合时间长浪费能源,混合时间短则混合不均匀,影响至饲料产品的质量,则造成了某部分饲料所含的微量组分(如药物)不是太多就是太少。如果饲料没有混合均匀,这种含量上的差异将使饲料用户在经济上受到损失,同时已容易造成畜禽产品(如肉和蛋)有过多的药物残留量。为了提高产品的质量,降低成本,增加产品的竞争力,无论在经济上和道义上,都应该定期对饲料混合机作混合均匀度的测定就必须经常性地检验混合机的性能,(Scott Co., 1980)。

饲料厂经常分析饲料中含有的一种或多种营养成分(或药物)或者特意加进示踪剂来检测混合设备。常规成分和维生素的分析会受到来源不同的营养物质干扰而得不到准确的结果。如果检测的是饲料所含的高浓度蛋白质和盐类,那么,即使没有混合好,检测结果也会显示出混合均匀。一些药物分析法由于分析精确度较差,也不易用来测定混合均匀度。微量示踪剂能用来有效地测定混合均匀度,这是因为:(1)微量示踪剂的分析误差很小。(2)来自饲料的背景干扰不影响测试结果。(3)分析费用低而且可以几个不同的示踪剂在同一操作中同时测试。(4)测试时间快而所需仪器和试剂简单,因此可以在饲料加工现场测定并马上得知混合效果以便进一步试验。

一、试验材料与方法

微量示踪剂 F 是着色的大小均匀的铁粒子。这些粒子可以通过磁力从饲料中分离出来。每毫克微量示踪剂 F 有铁粒子 22 到 32 个。所着的色素是食品色素。有各种颜色的产品。微量示踪剂 F 是易于识别的“无害标识物”,可以用来保障畜禽配合饲料的质量。当加到含有维生素、矿物质或药物的预混料时,微量示踪剂可以表征预混料在成品饲料中的存在。

1. 示踪剂的添加

- (1) 微量示踪剂 F 的加入量通常是每吨饲料加 50 克。
- (2) 应先将示踪剂与 250 克的载体(如玉米粉或盐等)混合,然后再加到饲料中。
- (3) 示踪剂可以与手工添加的维生素或药物在同一时间和同一位置加进饲料中,也可以将示踪剂先与维生素预混料(或药物)混合,再由计算机控制系统加到饲料中。
- (4) 第二种示踪剂可以在与第一种示踪剂不同的时间(例如一分钟以后)或者不同的地点加入,这样一次测试就可以得到两组结果,可以检测不同的混合时间或者加料地点对混合效果的影响。

2. 样品的提取

- (1) 应均匀地在混合机各个部位取样。饲料样品既可在饲料混合时取样,也可在搅拌停止以后。
- (2) 每个样品至少有 250 克,一次取足。
- (3) 如果无法从混合机取样,那么就尽可能靠近混合机的地方取样,如连接缓冲仓的绞龙。
- (4) 如果从混合机取样,则至少需取三个样品,即中部和两端各取一样。如从绞龙上取样,则至少取五个样品,最好是在靠近饲料出口的地方取十个样品。
- (5) 要测定饲料在批与批之间的滞留情况,可以在下一批加工的饲料中取样。

注 1: 工作单位是国家饲料质量监督检验中心(北京);

2: 北京正大饲料有限公司; 3: 北京华罗饲料有限公司; 4: 美国 Microtracer 公司。

3. 微量示踪剂的检测

(1) 利用旋转检测仪把微量示踪剂 F 从饲料样品中分离出来。通常每次分析 80 克样品。

(2) 将这些粒子转移到称量匙并用磁带消磁器消磁, 然后撒布在一张已湿润了 50% 乙醇溶液的大号滤纸上。

(3) 当色斑开始出现后, 将滤纸转移到已预热的电热板上或烘箱里干燥。

(4) 当滤纸干了以后, 作好标志然后数色斑数。

4. 微量示踪剂检测结果的解释

微量示踪剂的检测结果可用泊松统计和与其相关的 x^2 计算及其概率表进行分析与说明。

如果混合是均匀的或理想的, 各个样品所测得的示踪剂数量 (即色斑数) 将按照泊松分布而上下有所波动。如果波动幅度比按泊松分布所应有的大得多, 则说明没有混合均匀。

二、结果与讨论

试验一

表 1 RF-蓝法和 F-红法饲料混合均匀度测定方法的结果比较 (3 吨混合机)

方法	RF-蓝法							
	2.5mins				3mins			
	样品	奇数	偶数		奇数	偶数		
1	1	0.19	2	0.186	1	0.1535	2	0.1895
2	3	0.2025	4	0.168	3	0.1515	4	0.195
3	5	0.1675	6	0.1525	5	0.147	6	0.1865
4	7	0.175	8		7	0.15	8	0.1765
5	9	0.185	10	0.1815	9	0.1425	10	0.165
6	11	0.155	12	0.182	11	0.149	12	0.191
7	13		14	0.1795	13	0.153	14	0.181
8	15	0.1895	16	0.18	15	0.1245	16	0.1705
9	17	0.1675	18		17	0.1375	18	0.1545
10	19	0.1875	20	0.199	19	0.1225	20	0.1745
11	21	0.18	22	0.186	21	0.1385	22	0.177
12	23	0.1875	24	0.1895	23		24	0.1955
13	25	0.1985	26	0.1755	25		26	0.1885
14	27	0.18	28		27		28	0.184
平均值		0.182		0.180		0.143		0.181
标准差		0.013		0.012		0.011		0.012
变异系数		7.251		6.692		7.664		6.549

续表 1

样品	RF-蓝法				F-红法	
	4mins				3 mins	
	奇数		偶数			
1	1	0.1165	2	0.213	1	91
2	3	0.1075	4	0.2065	3	98
3	5	0.115	6	0.2285	5	91
4	7	0.124	8	0.2355	7	80
5	9	0.117	10	0.2035	9	91
6	11	0.1265	12	0.2225	11	67
7	13	0.124	14	0.224	13	97
8	15	0.12	16	0.2095	15	113
9	17	0.1245	18	0.205	17	88
10	19	0.1195	20	0.2065	19	95
11	21	0.132	22	0.2155	21	83
12	23		24	0.217	23	103
13	25	0.1335	26	0.197	25	98
14	27	0.1225	28		27	75
15				0.227		
16				0.2275		
17				0.1975		
平均值		0.122		0.214		90.714
标准差		0.007		0.011		11.776
变异系数		5.764		5.168		
CV%(泊松)						12.982
CV%理论值						9.524
卡方值						19.87
概率						6.70%

由表 1 可知, RF-蓝方法测定三个时间的 2 次重复(奇数于偶数)很好, 3 个时间点, 混合效果都属于均匀, 以混合 4 分钟为最好; F-红方法测定 3 分钟的混合效果结果表明, 混合属于均匀, 与 RF-蓝方法测定结果一致。但变异系数的理论值与实际值有 20%左右的差距, 显示还需改善。

试验二

表2 三种饲料混合均匀度测定方法(即RF法、F法和盐含量法)的结果比较—(2吨混合机)

混合时间	2.5 min			3.5 min			4.5 min		
	RF (ABS)	F No.	Salt %	RF (ABS)	F No.	Salt %	RF (ABS)	F No.	Salt %
Spots inside the mixer									
1	0.229	72	1.87	0.187	69	1.94	0.162	67	1.85
2	0.1815	78	1.69	0.174	68	1.98	0.1965	84	2.21
3	0.184	70	1.98	0.170	71	1.79	0.1771	77	1.69
4	0.1865	94	1.83	0.185	63	2.11	0.207	77	1.97
5	0.1475	89	2.34	0.1675	85	2.05	0.1855	70	1.87
6	0.150		1.92	0.200	82	1.96	0.1865	67	2.07
7	0.1595	68	2.21	0.217	85	1.76	0.181	57	1.91
8	0.1995	82	1.79	0.1925	77	2.13	0.1775	63	1.99
9	0.1455	36	1.99	0.215	69	1.97	0.2135	82	2.03
10	0.151	65	2.07	0.198	77	1.85	0.2105	79	1.78
平均值	0.1734	72.67	1.97	0.1906	74.6	1.95	0.1897	72.3	1.94
标准差	0.0275	16.85	0.1966	0.0174	7.72	0.1252	0.0167	8.83	0.1503
变异系数	15.87	23.18	9.98	9.12	10.35	6.41	8.83	12.21	7.76

从试验二中表2的结果可知, 3.5min和4.5min混合时间均属均匀, 但适宜的混合时间为3min, 混合至4.5min, CV反而升高, F-红法、RF-蓝法和食盐法三种方法的结果基本一致; 表3的结果提示, 混合效果以4.5min较好, 从RF-蓝和F-红的3min时间点看, CV属偏高, 三种方法的检验结果一致; 所以, 试验二的结果显示, F-红法和RF-蓝法的检验结果是可靠的。

生产饲料是为了给予畜禽能满足营养需要的日粮, 适宜的混合能使营养物质均匀地分布。完美地混合每批饲料产品是一个很有价值的目标, 但实际生产中的限制因素使其不可能实现, 问题是允许多大的变异。众所周知, 变异系数(CV)是衡量饲料混合变异程度的指标, Wicher和Pool(1991)建议, 处于正常运转状态的饲料厂家的CV应为4-7%通常推荐的标准应根据混合的饲料类型而定, 适宜混合的配合饲料的CV为5-10%, 幼龄畜禽饲料的CV应接近5%, 因为这些动物摄取的饲料量较少, 预混料的CV应不超过5%。Wicher和Pool(1991)还检验了不同饲料厂家近100台混合机的性能, 发现40-50%混合机混合出的饲料是不均匀的, 并指出不适当的混合时间、操作过程、设备老化是造成不合格产品的原因。

用于检验混合效果的方法很多, 包括药物检验、放射粒子、染色铁粒、甲基紫法和四氯化碳沉淀法等(Pfost, 1976; 钟国清, 2001), 一般说来, 这些方法是检验维生素、微量元素和药物等不易混合物质的均匀程度较好的方法, 但是, 检验的费用和便捷性也应考虑, 有鉴于此, 国外广泛使用的是染色铁粒子法和食盐指示剂法, 而我国的国家标准为四氯化碳沉淀法和甲基紫法。

微量示踪剂还有一些其他用途, (1)通过测定示踪剂的批间滞留以评估饲料生产过程的清理程度, (2)用微量示踪剂来表征饲料中关键微量配料的存在及混合均匀程度, 如MSD Agvet在Nicarbazin预混料中加入“特殊蓝”示踪剂, 美国Hoechst公司在抗球虫药预混料Stenorol中加入“特殊橙”示踪剂。Lilly和Pfizer公司以及其他一些公司也在药物预混料中常规地使用微量示踪剂。(3)特殊微量示踪剂的特殊作用。如, RF-Se-4%是很独特的示踪剂, 可以作为硒的添加剂加到预混料中, 想要知道预混料中硒含量时, 只需取样分析示踪剂重量, 就可以酸出其中硒的含量, 该法较一般化学分析的结果准确得多。

综上所述，微量示踪剂法简便、快速、准确和价廉，是测定饲料混合均匀度首选的方法之一。

参考文献

Anonymous. 1980. Suggested operation and service procedures for horizontal batch mixers. Scott Co., New Prague, Minn.

Wicker, D.L., and D.R. Poole. 1991. How is your mixer performing? *Feed Management* 42(9): 40-42.

Pfost, H.B. 1976. Feed Mixing. In: Pfost, H.B., ed. *Feed Manufacturing Technology*, American Feed Manufacturers Assn., Inc., Arlington, Va., pp. 85-102.

Eisenberg, D.A. 1994. Mix with confidence. *International Milling Flour & Feed*. (6). 31-33

钟国清, 2001, 饲料混合均匀度的测定方法. *中国饲料*, 第2期, 27-28

Application study of Microtraces
on homogeneity measurement of feed

Yang shuming¹ Tian heshan¹ Yucheng² Yang junhong³ David Einsenberg⁴

Proper mixing is essential for high-quality feed products in feed processing. Optimum mixing period must be determined for the mixers in feed mills. If the performance of the mixer is not good enough, it will directly affect the quality of feeds and cause microingredients uneven. Not mixing uniform make the user loss in economy and much drugs or feed additives residue in animal and poultry products.

For improving quality of products and reducing the cost of production and heighten competence of products, it is necessary to routinely or periodically test the effectiveness of mixers and determine the proper mixing time economically and ethically.

Feed manufacturers often test mixing equipment by analyzing their feed for one or more nutrients (or medications) normally present in the feed or by adding a "tracer" specifically for the test. For all of routine nutrients and vitamins except drug and Microtracer™ assays, results may be confused by background "noise" where the nutrient is contributed to the feed from more than one source. If many feed ingredients contain protein (or salt) at significant levels, then the feed could appear well mixed even if no mixing occurred. If an analytical method (i. e. for drug assays) yields results badly, this can hardly be used to test mixing.

Microtracers™ offer an excellent mechanism for testing mixing because: 1. Microtracer analyses have little analytical error. 2. Background "noise" does not interfere with results. 3. Cost per analysis is very low and several different tracers can be tested in the same procedure. This allows evaluation of several mixing times or microingredient addition locations in one test. 4. Testing can be performed "on the spot" allowing immediate evaluation of results and further testing the same day. This is because testing is quick and needs less equipment and chemical reagent.

Material and method

F-Microtracers are a uniform steel grit and FD&C Food Dye coated product. These particles are Magnetically Retrievable with a guaranteed particle count of between 22 to 32 particles per milligram. Many colors available. They are "harmless markers" may be used to determine mixing quality of complete feed. F-Microtracers is to denote vitamins, minerals and medication added to the feed.

Note 1: National Centre for Quality supervision and test of feed; 2: Beijing Chiatai feed limited company; 3: Beijing Hualuo feed limited company; 4: Microtracer company .

TRACER ADDITION

1. Microtracers F (colored iron particles) are usually added at 50 grams of tracer per ton of mix. (i. e. 100 grams of a Red tracer may be added to a two ton batch)
2. This tracer should be premixed in 250 grams of carrier (i. e. ground corn, salt etc) before adding the tracer to the mix.
3. The tracer can be added to the mix at the same time and location as a "hand added" vitamin or medication. Alternately, tracer can be incorporated in a vitamin premix (or a medicated premix) and added to feed via a computerized micro-ingredient addition system.
4. A second tracer can be added to the test batch one minute after the first tracer or at a second location. This will yield a second series of information from the same test.

SAMPLING THE FEED BATCH

- (1) Ideally, one takes "grab" samples from the mixer either at spaced intervals during the mix or on completion of the mix.
- (2) Samples should weigh at least 250 grams. and must be "grab" and not composites, for composite sampling tells nothing about mixing quality.
- (3) If one cannot take samples from the mixer, then take them as near the mixer in the production system as possible. Often, the most feasible location is from a screw conveyer leading from the surge bin.
- (4) If one samples from a mixer, one should take at least three samples, one from the middle and one from each end. If one samples from the screw conveyer after the surge bin, one should take at least five and preferably ten samples from spaced portions of the mix discharge.
- (5) One may also want to sample from the following batch of feed to determine batch to batch tracer "carryover".

MICROTRACER ANALYSES

- (1) Microtracers F (colored uniformly sized iron particles) are removed from sub-samples (usually 80 grams) of each sample taken from the batch utilizing a "Rotary Detector" magnetic separator.
- (2) These particles are transferred to a weigh scoop, demagnetized using a bulk tape eraser and then sprinkled on a large (i. e. 15 to 24 cm Whatman #1) filter paper moistened with a 60% ethanol solution.
- (3) When spots begin to develop, one transfers the paper to a pre-heated hot plate or oven and dries it.
- (4) When the paper is dry, one marks it for identification and then counts all the particles.

INTERPRETING MICROTRACER RESULTS

One interprets Microtracer mixer testing results utilizing Poisson Statistics and related chi-squared calculations and tables. If a mix is "complete" or "perfect", Microtracer counts will exhibit variability characteristic of a Poisson Statistical Distribution. If Microtracer counts are more variable than one would expect from a Poisson

Distribution, one concludes the mix is not complete

Results and discussion

Part A

Table1: The comparison of testing mixing homogeneity of a three-tonne-mixer with RF-blue and F-red with 2.5mins, 3mins and 4mins mixing

Test mothed	RF-blue								
	samples	2.5mins				3mins			
		odd		even		odd		even	
1	1	0.19	2	0.186	1	0.1535	2	0.1895	
2	3	0.2025	4	0.168	3	0.1515	4	0.195	
3	5	0.1675	6	0.1525	5	0.147	6	0.1865	
4	7	0.175	8		7	0.15	8	0.1765	
5	9	0.185	10	0.1815	9	0.1425	10	0.165	
6	11	0.155	12	0.182	11	0.149	12	0.191	
7	13		14	0.1795	13	0.153	14	0.181	
8	15	0.1895	16	0.18	15	0.1245	16	0.1705	
9	17	0.1675	18		17	0.1375	18	0.1545	
10	19	0.1875	20	0.199	19	0.1225	20	0.1745	
11	21	0.18	22	0.186	21	0.1385	22	0.177	
12	23	0.1875	24	0.1895	23		24	0.1955	
13	25	0.1985	26	0.1755	25		26	0.1885	
14	27	0.18	28		27		28	0.184	
X		0.182		0.180		0.143		0.181	
SD		0.013		0.012		0.011		0.012	
CV%		7.251		6.692		7.664		6.549	

Continued to table 1

samples	RF-blue				F-red	
	4mins				3 mins	
	odd		even			
1	1	0.1165	2	0.213	1	91
2	3	0.1075	4	0.2065	3	98
3	5	0.115	6	0.2285	5	91
4	7	0.124	8	0.2355	7	80
5	9	0.117	10	0.2035	9	91
6	11	0.1265	12	0.2225	11	67
7	13	0.124	14	0.224	13	97
8	15	0.12	16	0.2095	15	113
9	17	0.1245	18	0.205	17	88
10	19	0.1195	20	0.2065	19	95
11	21	0.132	22	0.2155	21	83
12	23		24	0.217	23	103
13	25	0.1335	26	0.197	25	98
14	27	0.1225	28		27	75
15				0.227		
16				0.2275		
17				0.1975		
X		0.122		0.214		90.714
SD		0.007		0.011		11.776
CV		5.764		5.168		
CV%(泊松)						12.982
CV%理论值						9.524
卡方值						19.87
概率						6.70%

The results of trial 1 are showed in table 1, the repeatability of RF-blue measurement for all three mixing periods is rather satisfied, the mixing performance of all three periods are good, 4 minutes mixing is the best. The results of F-red measurement also show that the performance of 3 minutes mixing is accepted, and comparable to RF-blue measurement. But the practical coefficient variance is 20% higher than theoretical CV, it implies it is necessary to improve the mixing performance.

Part II

Table 2: The comparison of testing mixing homogeneity of a two-tonne-mixer by RF-blue, F-red and national standard methods with 2.5mins, 3.5mins and 4.5mins mixing

Mixing time	2.5 min			3.5 min			4.5 min		
	RF (ABS)	F No.	Salt %	RF (ABS)	F No.	Salt %	RF (ABS)	F No.	Salt %
Spots inside the mixer									
1	0.229	72	1.87	0.187	69	1.94	0.162	67	1.85
2	0.1815	78	1.69	0.174	68	1.98	0.1965	84	2.21
3	0.184	70	1.98	0.170	71	1.79	0.1771	77	1.69
4	0.1865	94	1.83	0.185	63	2.11	0.207	77	1.97
5	0.1475	89	2.34	0.1675	85	2.05	0.1855	70	1.87
6	0.150		1.92	0.200	82	1.96	0.1865	67	2.07
7	0.1595	68	2.21	0.217	85	1.76	0.181	57	1.91
8	0.1995	82	1.79	0.1925	77	2.13	0.1775	63	1.99
9	0.1455	36	1.99	0.215	69	1.97	0.2135	82	2.03
10	0.151	65	2.07	0.198	77	1.85	0.2105	79	1.78
X	0.1734	72.67	1.97	0.1906	74.6	1.95	0.1897	72.3	1.94
SD	0.0275	16.85	0.1966	0.0174	7.72	0.1252	0.0167	8.83	0.1503
CV%	15.87	23.18	9.98	9.12	10.35	6.41	8.83	12.21	7.76

The results of the second trial in the table 2 show that mixing performance with 3.5 minutes and 4.5 minutes could be accepted, the optimizing mix time is 3.5 minutes. The mixing performance is contrarily slightly reduced, when the mixing is extended to 4.5 minutes, the results among F-red, RF-blue and chloride ion methods are comparable.

Feed manufacturers produce the diets to meet nutritional requirements of animal growth, reproduction, and milk production. Mix is a key process in feed mills in order to obtain diets with homogeneity of nutrients. Perfect mixing is highly hoped in feed mills, but it is very difficulty to come out it in practical operation due to a lot of limited factors. As well known, coefficient variance (CV) is a good index to evaluate to performance of mixing. Wicher and Pool (1991) suggested that the mixers used in feed mills perform mixing with CV of 4-7%, practical coefficient variance of formula feed mixing should be controlled to 5-10%, CV% of mixing for young animal diets is better to be reduced to 5% for young animal intake less quantity, same mixing performance is demanded to premix production. They also showed that 40-50% of tested 100 mixers have poor performance, in other word, compound feed out of the mixers are not homogenous,

incorrect mixing time and operation, and aged equipment are regarded as the reasons.

At present, there are many methods used for testing the mixing performance, which are briefly evaluated by Pfof (1976) and 钟国清 (2001). One main component test is a good method for vitamins, mineral elements, and drug premixes, disadvantage of it is time consumed and costly; dye tracer or radical tracer are well used abroad, which are simple and rapid. Chloride ion and methyl violet are used for formula feed homogeneity test as Chinese national method, which are limited for feed containing salt and pigments.

Through our trials, Microtraces also show their potential other functions in feed industry, for they are used online. They can be used to inspect cleanness level between batches, which are very important for mixing some drugs in feed mills. They can also be applied for showing some micro-components and their homogeneity by a simple test process on spot. In this direction, there are some practical application, MSD agvet uses a special blue tracer in nicarbazin premix, Hoechst (USA) company adds a special orange tracer in the stenorol premix, some other companies such as Lilly, Pfizer also use microtracers in their drug premixes. There are some special microtracers such as RF-Se-4%, which is a labeled selenium additive, when simply testing the tracer, we could get the selenium contents.

Our trials imply that microtraces is simple, rapid, online mixing test method, which seems multifunction in feed industry.

Reference

- Anonymous. 1980. Suggested operation and service procedures for horizontal batch mixers. Scott Co., New Prague, Minn.
- Wicker, D.L., and D.R. Poole. 1991. How is your mixer performing? Feed Management 42(9): 40-42.
- Pfof, H.B. 1976. Feed Mixing. In: Pfof, H.B., ed. Feed Manufacturing Technology, American Feed Manufacturers Assn., Inc., Arlington, Va., pp. 85-102.
- Eisenberg, D.A. 1994. Mix with confidence. International Milling Flour & Feed. (6). 31-33
- 钟国清, 2001, 饲料混合均匀度的测定方法。中国饲料, 第2期, 27-28