



Überwachung von Rückständen

GMP+ BA 2

Fassung DE: 1. April 2019

GMP+ Feed Certification scheme



Revisionsinformationen zu diesem Dokument

Revisions-Nr./ Datum der Genehmigung	Änderung	Bezieht sich auf	Implementierung spätestens am
0.0 / 06-2014	Dies ist ein neues Dokument. Der Inhalt besteht aus dem ehemaligen Teil B von GMP+ BA1 <i>Spezifische Grenzwerte für unbedenkliche Futtermittel</i> und dem ehemaligen Teil B von GMP+ BA4 <i>Mindestanforderungen an Inspektion und Analysen</i> . Die Möglichkeit zur Aktualisierung einiger Anforderungen wurde genutzt.	das gesamte Dokument	01.01.2015 Mit Ausnahme der Abschnitte 4.2.4 und 4.2.5, die zum 01.10.2015 implementiert werden müssen.
1.0 / 04-2017	Methoden zur Messung der Homogenität von Trockenmischungen sind hinzugefügt. Anpassung fehlerhafter Verweise.	6 5	01.07.2018
1.1 / 05-2018	Anpassung des Grenzwerts von Decoquinat infolge von Änderungen der Gesetzgebung	Kapitel 3	01.07.2018
2.0 / 01-2019	Folgendes wurde geändert: - Abschnitt 5.7: Das Kontrollverfahren für die Prozessgenauigkeit von Mischfuttermitteln mit Microtracern wurde aktualisiert. - In Abschnitt 5.4, 5.8 und 5.9 wurde jeweils eine wichtige Anmerkung hinzugefügt.	Kapitel 5	01.04.2019

Redaktioneller Hinweis:

Sämtliche Änderungen in dieser Fassung des Dokuments sind hervorgehoben. Sie können die

- neue Textabschnitte bzw.

- ~~alte Textabschnitte~~

wie hier oben angeben erkennen.

Die Teilnehmer müssen die Änderungen spätestens bis zum äußersten Implementierungsdatum einführen.

INHALTSVERZEICHNIS

1	EINFÜHRUNG	4
1.1	ALLGEMEINES	4
1.2	AUFBAU DES GMP+ FEED CERTIFICATION SCHEME	4
1.3	ANWENDUNGSBEREICH	5
2	HINTERGRUNDINFORMATIONEN	6
3	HÖCHSTWERTE FÜR KRITISCHE RÜCKSTÄNDE	8
4	ERGÄNZENDE BEDINGUNGEN FÜR DIE ÜBERWACHUNG VON RÜCKSTÄNDEN 13	
4.1	ALLGEMEINES / ANLAGEN.....	13
4.2	ÜBERWACHUNG VON RÜCKSTÄNDEN MITTELS DER PRODUKTIONSREIHENFOLGE	14
4.2.1	<i>Allgemeines</i>	14
4.2.2	<i>Verschleppungsrate der Anlage</i>	14
4.2.3	<i>Sicherheitsfaktor</i>	15
4.2.4	<i>Validierung und periodische Verifizierung (Überwachung/‘Monitoring’)</i>	15
4.2.5	<i>Ergänzende Informationen zum Sicherheitsfaktor</i>	17
5	METHODEN ZUR MESSUNG DER VERSCHLEPPUNGSRATE	19
5.1	EINLEITUNG.....	19
5.2	ALLGEMEINE AUSGANGSPUNKTE IN BEZUG AUF DIE MESSUNG DER VERSCHLEPPUNGSRATE.....	20
5.3	PRÜFVERFAHREN FÜR DIE PROZESSGENAUIGKEIT MIT KOBALT (REFERENZMETHODE) .	24
5.4	PRÜFVERFAHREN FÜR DIE VERSCHLEPPUNG BEI DER MISCHFUTTERMITTELZUBEREITUNG MIT HILFE VON KOBALTMISCHUNGEN	36
5.5	PRÜFVERFAHREN FÜR DIE VERSCHLEPPUNG BEI DER MISCHFUTTERMITTELZU- BEREITUNG MIT HILFE EINER MANGAN- UND EINE EIWEIßREICHEN BZW. EIWEIßARMEN MISCHUNG	42
5.6	PRÜFVERFAHREN ZUR MESSUNG VON VERSCHLEPPUNG IN VORMISCHUNGS- UND ZUSATZSTOFFANLAGEN.....	49
5.7	PRÜFVERFAHREN FÜR DIE PROZESSGENAUIGKEIT VON MISCHFUTTERMITTELN MIT MICROTRACERN.....	50
5.8	PRÜFVERFAHREN ZUR MESSUNG DER VERSCHLEPPUNGSRATE MIT HILFE VON MICROTRACERN MITTELS WIEGEN.....	60
5.9	PRÜFVERFAHREN ZUR MESSUNG DER VERSCHLEPPUNGSRATE BEI DER FUTTERMITTELZUBEREITUNG MIT HILFE VON METHYLVIOLETT	62
6	METHODEN ZUR MESSUNG DER HOMOGENITÄT VON TROCKENMISCHUNGEN	63

1 EINFÜHRUNG

1.1 Allgemeines

Das *GMP+ Feed Certification scheme* ist im Jahr 1992 von der niederländischen Futtermittelindustrie als Antwort auf diverse mehr oder weniger schwere Zwischenfälle mit Verunreinigungen in Einzelfuttermitteln initiiert und entwickelt worden. Es war zunächst nur als nationales System konzipiert worden, hat sich jedoch zu einem internationalen System entwickelt, das von GMP+ International in Zusammenarbeit mit diversen internationalen interessierten Parteien verwaltet wird.

Obwohl das *GMP+ Feed Certification scheme* aus der Perspektive der Unbedenklichkeit von Futtermitteln entstanden ist, wurde im Jahr 2013 der erste Standard für Futtermittelnachhaltigkeit veröffentlicht. Zu diesem Zweck sind zwei Module entwickelt worden: *GMP+ Feed Safety Assurance* (das sich auf die Futtermittelsicherheit konzentriert) und *GMP+ Feed Responsibility Assurance* (das auf nachhaltige Futtermittel abzielt).

GMP+ Feed Safety Assurance ist ein vollständiges Modul mit Normen zur Gewährleistung unbedenklicher Futtermittel auf allen Stufen der Futtermittelkette. Die nachweisliche Gewährleistung der Futtermittelsicherheit ist in vielen Ländern und Märkten eine unabdingliche Voraussetzung für den Verkauf in der Futtermittelbranche, und die Teilnahme am GMP+ FSA Modul kann dafür als ausgezeichnetes Instrument dienen. Auf der Grundlage der Bedürfnisse aus der Praxis sind diverse Komponenten in den GMP+-FSA-Normen integriert worden, etwa die Anforderungen an ein „feed safety management system“ (Sicherheitsmanagementsystem für Futtermittel) und an die Anwendung von HACCP-Prinzipien sowie Elemente wie die Rückverfolgbarkeit, die Überwachung, das Programm mit Grundbedingungen, der Kettenansatz und das Early Warning System.

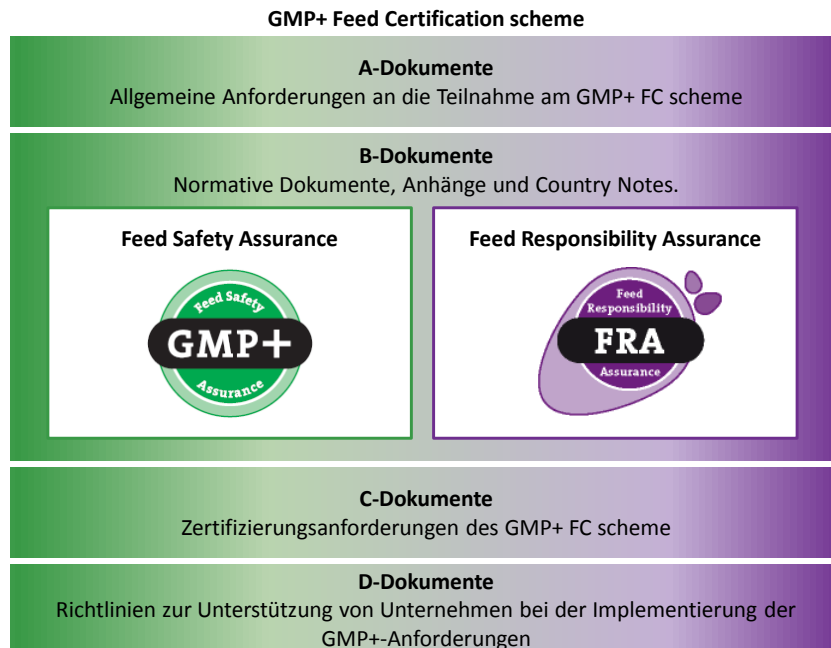
Mit der Entwicklung des „*GMP+ Feed Responsibility Assurance*“-Moduls entspricht GMP+ International den Bedürfnissen der GMP+-Teilnehmer. Von der Futtermittelwirtschaft wird gefordert, dass sie auf verantwortungsvolle Art und Weise arbeitet. Dies betrifft beispielsweise die Beschaffung von Erzeugnissen wie Soja und Fischmehl, die mit Respekt gegenüber Menschen, Tieren und der Umwelt hergestellt und vertrieben werden sollen. Zum Nachweis eines nachhaltigen Herstellungsprozesses und Handels kann ein Unternehmen eine Zertifizierung für die *GMP+ Feed Responsibility Assurance* beantragen. GMP+ International wird dem Bedürfnis aus dem Markt mit Hilfe einer unabhängigen Zertifizierung gerecht.

Gemeinsam mit den GMP+-Partnern definiert GMP+ International auf transparente Art und Weise Anforderungen im *Feed Certification scheme*. Zertifizierungsstellen sind in der Lage, die GMP+-Zertifizierung auf unabhängige Art und Weise durchzuführen.

GMP+ International unterstützt die GMP+-Teilnehmer mit praktischen und nützlichen Informationen. Dies erfolgt mit Hilfe einer Reihe von Leitfäden sowie mit Hilfe von Datenbanken, Rundschreiben, Fragen- und Antwortenkatalogen und Seminaren.

1.2 Aufbau des GMP+ Feed Certification scheme

Die Dokumente innerhalb des *GMP+ Feed Certification scheme* gliedern sich in eine Reihe Serien. Die nächste Seite enthält eine schematische Wiedergabe des Inhalts des *GMP+ Feed Certification scheme*:



Alle diese Dokumente sind auf der Internetseite von GMP+ International (www.gmpplus.org) zu finden.

Das vorliegende Dokument wird als Standard GMP+ BA2 *Überwachung von Rückständen* bezeichnet und gehört zum „GMP+ FSA“-Modul.

1.3 Anwendungsbereich

In diesem Anhang werden spezifische Anforderungen bezüglich Überwachung von Rückständen in einigen Tierarzneimitteln und Zusatzstoffen in Futtermitteln erläutert.

- In Abschnitt 2 werden einige allgemeine Anforderungen definiert.
- Abschnitt 3 beschreibt die Rückstandshöchstwerte einiger Tierarzneimittel und Zusatzstoffe. Diese Höchstwerte dürfen nicht überschritten werden.

Erläuterung

Tierarzneimittel und Zusatzstoffe sind kritisch, wenn ihre Rückstände in Milch, Fleisch oder Eiern vorkommen, aber darin nicht erwünscht sind. Die Menge dieser Rückstände in Futtermitteln ist zu kontrollieren und darf bestimmte Höchstwerte nicht überschreiten.

- Abschnitt 4 definiert ergänzende Anforderungen an die Kontrolle dieser Tierarzneimittel und Zusatzstoffe. Es werden mehrere Optionen angeboten.
- In Abschnitt 5 dieses Anhangs werden einige Protokolle zur Messung der Verschleppung einer Futtermittelherstellungsanlage erläutert. Bei der Ermittlung der Verschleppungsrate von Anlagen und Geräten ist eines dieser Protokolle anzuwenden. Sollte jedoch kraft der nationalen Gesetzgebung die Anwendung von spezifischen Methoden zur Messung der Verschleppung erforderlich sein, dann sind diese Methoden und ihre Ergebnisse auch zulässig.

2 Hintergrundinformationen

1. Die korrekte Anwendung von Zusatzstoffe und Tierarzneimitteln bei der Herstellung von (Misch-)Futtermitteln oder Vormischungen trägt zu Gewährleistung unbedenklicher Futtermittel und Lebensmittel bei. Aus diesem Grund enthalten die GMP+-Standards Anforderungen an die Kontrolle des Einsatzes von Tierarzneimitteln und Zusatzstoffen einschließlich ihrer Rückstände. Der Teilnehmer hat Folgendes zu gewährleisten:
 - a. die richtigen Tierarzneimittel und Zusatzstoffe müssen in der richtigen Menge und im richtigen Futtermittel dosiert werden
 - b. diese Zusatzstoffe und Tierarzneimittel (bzw. deren Rückstände) sind nicht in allen anderen Futtermitteln vorhanden und überschreiten auf keinen Fall die Höchstgrenzwerte (die sogenannten Rückstandshöchstwerte) in diesen anderen Futtermitteln.

2. Die Rückstandshöchstwerte in diesem Anhang basieren hauptsächlich auf der EU-Gesetzgebung. Diese Rückstandshöchstwerte sind in das GMP+ FSA Modul aufgenommen worden. Ein Unternehmen, das sich am *GMP+ FC scheme* beteiligt, und zwar sowohl innerhalb oder außerhalb Europas - muss sich - sofern zutreffend - an diese Rückstandshöchstwerte halten.

Im Allgemeinen ist der Rückstandshöchstwert eines bestimmten Zusatzstoffes oder Tierarzneimittels ein Prozentsatz des Höchstgehalts, welcher in Futtermitteln vermischt werden darf. In der EU-Futtermittelgesetzgebung werden Rückstandshöchstwerte beschrieben, und zwar ausgehend von den Faktoren in der nachstehenden Tabelle.

Zusatzstoff/Tierarzneimittel	Höchstprozentsatz (%)	Bemerkung
Kokzidiostatika	1	Für kritische Futtermittel
	3	Für sonstige Futtermittel
Antibiotika	2.5	

Diese Grenzwerte werden in der Tabelle in Abschnitt 3 näher spezifiziert. Darüber hinaus werden in dieser Tabelle die Rückstandshöchstwerte für einige andere Stoffe spezifiziert, hauptsächlich berechnet mit einem 'max. 2,5%-Faktor'.

3. In der EU-Gesetzgebung werden nur Rückstandshöchstwerte für Zusatzstoffe spezifiziert, die in der EU für die Verwendung in Futtermitteln zugelassen wurden. In anderen Teilen der Welt sind auch andere Stoffe (spezifische Kokzidiostatika -'Tierarzneimittel' oder Produkte wie Olaquinox und Carbadox) für die Verwendung als Tierarzneimittel oder Zusatzstoff erlaubt. Die Rückstandshöchstwerte für diese Erzeugnisse müssen auf der Grundlage der oben genannten Prozentsätze berechnet werden. In der Tabelle in Abschnitt 3 sind diese Erzeugnisse unter 'Sonstige Stoffe, für die eine Wartezeit gilt' einzuordnen.

Erläuterung

'Sonstige Stoffe, für die eine Wartezeit gilt' sind Erzeugnisse

- *die bewusst dem Futtermittel zugesetzt werden, zwecks Verbesserung der Leistungen, der Produktion oder der Gesundheit des Tieres.*
- *Diese können in den tierischen Erzeugnissen (Fleisch, Milch oder Eiern) vorhanden sein und bei Verzehr durch den Menschen gesundheitliche Schäden verursachen,*
- *weshalb hierfür eine Wartezeit festgesetzt wurde.*

4. Die gültigen gesetzlichen Vorschriften für die Anwendung von Zusatzstoffen und Tierarzneimitteln sind einzuhalten, einschließlich Dosierung und Etikettierung. Wenn die Gesetzgebung die Einhaltung von anderen Höchstwerten erfordert, müssen auch diese Vorschriften eingehalten werden.

Erläuterung

Hinweis: Die GMP+-Bedingungen basieren hauptsächlich auf der EU-Gesetzgebung. Allerdings bedeutet das - zum Beispiel - nicht, dass ein außerhalb von Europa befindliches Unternehmen keine Erlaubnis für die Herstellung oder Verarbeitung eines Zusatzstoffes hat, der in der EU nicht zugelassen ist. Ein solcher Zusatzstoff darf gemäß den GMP+-Anforderungen und dem System, welches eine nach GMP+ zertifizierte Herstellung gewährleistet, hergestellt oder verarbeitet werden. Allerdings darf ein solcher Zusatzstoff nicht als Zusatzstoff für Futtermittel für den EU-Markt verwendet werden. Ein GMP+-Zertifikat ist keine Lizenz für den Export nach Europa.

3 Höchstwerte für kritische Rückstände

Die nachstehende Tabelle zeigt die Beschränkungen für kritische Rückstände einiger Zusatzstoffe/Tierarzneimittel.

Zusatzstoffe	Zur Tierernährung bestimmte Erzeugnisse	Höchstgehalt in mg/kg (ppm), bezogen auf ein Futtermittel mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 12 %
Lasalocid A-Natrium	Einzelfuttermittel	1,25
	Mischfuttermittel für:	
	- Hunde, Kälber, Kaninchen, Pferde, Milchtiere, Legegeflügel, Puten (älter als 16 Wochen) und Junghennen (älter als 16 Wochen)	1,25
	- Masthühner, Junghennen (jünger als 16 Wochen) und Puten (jünger als 16 Wochen) während des Zeitraums vor der Schlachtung, in dem die Verwendung von Lasalocid A-Natrium verboten ist (Endmastfutter)	1,25
	- Fasane, Perlhühner, Wachteln und Rebhühner, ausgenommen deren Legegeflügel, während des Zeitraums vor der Schlachtung, in dem die Verwendung von Lasalocid-A-Natrium verboten ist (Endmastfutter),	1,25
	- sonstige Tierarten	3,75
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Lasalocid A-Natrium nicht verwendet werden darf	(1)
Narasin	Einzelfuttermittel	0,7
	Mischfuttermittel für:	
	Puten, Kaninchen, Pferde, Legegeflügel und Junghennen (älter als 16 Wochen)	0,7
	sonstige Tierarten	2,1
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Narasin nicht verwendet werden darf	(1)
Salinomycin-Natrium	Einzelfuttermittel	0,7
	Mischfuttermittel für:	
	- Pferde, Puten, Legegeflügel und Junghennen (älter als 12 Wochen)	0,7
	- Masthühner, Junghennen (jünger als 12 Wochen) und Mastkaninchen während des Zeitraums vor der Schlachtung, in dem die Verwendung von Salinomycin-Natrium verboten ist (Endmastfutter)	0,7
	sonstige Tierarten	2,1
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Salinomycin-Natrium nicht verwendet werden darf	(2)
Monensin-Natrium	Einzelfuttermittel	1,25

Zusatzstoffe	Zur Tierernährung bestimmte Erzeugnisse	Höchstgehalt in mg/kg (ppm), bezogen auf ein Futtermittel mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 12 %
	Mischfuttermittel für:	
	- Pferde, Hunde, kleine Wiederkäuer (Schafe und Ziegen), Enten, Rinder, Milchkühe, Legegeflügel, Junghennen (älter als 16 Wochen) und Puten (älter als 16 Wochen)	1,25
	- Masthühner, Junghennen (jünger als 16 Wochen) und Puten (jünger als 16 Wochen) während des Zeitraums vor der Schlachtung, in dem die Verwendung von Monensin-Natrium verboten ist (Endmastfutter)	1,25
	- sonstige Tierarten	3,75
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Monensin-Natrium nicht verwendet werden darf	(¹)
Semduramicin-natrium	Einzelfuttermittel	0,25
	Mischfuttermittel für:	
	- Legegeflügel und Junghennen (älter als 16 Wochen)	0,25
	- Masthühner während des Zeitraums vor der Schlachtung, in dem die Verwendung von Semduramicin-Natrium verboten ist (Endmastfutter)	0,25
	- sonstige Tierarten	0,75
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Semduramicin-Natrium nicht verwendet werden darf	(¹)
Maduramicin Ammonium Alfa	Einzelfuttermittel	0,05
	Mischfuttermittel für:	
	Pferde, Kaninchen, Puten (älter als 16 Wochen), Legegeflügel und Junghennen (älter als 16 Wochen)	0,05
	Masthühner und Puten (jünger als 16 Wochen) während des Zeitraums vor der Schlachtung, in dem die Verwendung von Maduramicin-Ammonium-Alpha verboten ist (Endmastfutter)	0,05
	sonstige Tierarten	0,15
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Maduramicin-Ammonium-Alpha nicht verwendet werden darf	(¹)
Robenidin Hydrochlorid	Einzelfuttermittel	0,7
	Mischfuttermittel für:	
	- Legegeflügel und Junghennen (älter als 16 Wochen)	0,7
	- Masthühner, Mast- und Zuchtkaninchen sowie Puten während des Zeitraums vor der Schlachtung, in dem die Verwendung von Robenidin-Hydrochlorid verboten ist (Endmastfutter)	0,7
	- Sonstige Tierarten	2,1

Zusatzstoffe	Zur Tierernährung bestimmte Erzeugnisse	Höchstgehalt in mg/kg (ppm), bezogen auf ein Futtermittel mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 12 %
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Robenidin-Hydrochlorid nicht verwendet werden darf	(¹)
Decoquinat	Einzelfuttermittel	0,4
	Mischfuttermittel für:	
	- Legegeflügel und Junghennen (älter als 16 Wochen)	0,4
	- sonstige Tierarten	1,2
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Decoquinat nicht verwendet werden darf	(¹)
Halofuginon-hydrobromid	Einzelfuttermittel	0,03
	Mischfuttermittel für:	
	Legegeflügel, Junghennen - und Puten (älter als 12 Wochen)	0,03
	- Masthühner und Puten (jünger als 12 Wochen) während des Zeitraums vor der Schlachtung, in dem die Verwendung von Halofuginon-Hydrobromid verboten ist (Endmastfutter)	0,03
	- sonstige Tierarten	0,09
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Halofuginon-Hydrobromid nicht verwendet werden darf	(¹)
Nicarbazin	Einzelfuttermittel	1,25
	Mischfuttermittel für:	
	- Pferde, Legegeflügel und Junghennen (älter als 16 Wochen)	1,25
	- sonstige Tierarten	3,75
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Nicarbazin (in Kombination mit Narasin) nicht verwendet werden darf	(¹)
Diclazuril	Einzelfuttermittel	0,01
	Mischfuttermittel für:	
	- Legegeflügel, Junghennen (älter als 16 Wochen)	0,01
	- Mast- und Zuchtkaninchen während des Zeitraums vor der Schlachtung, in dem die Verwendung von Diclazuril verboten ist (Endmastfutter.	0,01
	- sonstige Tierarten außer Junghennen (jünger als 16 Wochen), Masthühner, guinea fowl und Mastputen	0,03
	Vormischungen zur Verwendung in Futtermitteln, in denen Diclazuril nicht verwendet werden darf	(¹)
	Hinweis: • Mastküken: Futter, das diese Küken 5 Tage vor dem Schlachten erhalten haben	

Zusatzstoffe	Zur Tierernährung bestimmte Erzeugnisse	Höchstgehalt in mg/kg (ppm), bezogen auf ein Futtermittel mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 12 %
	<ul style="list-style-type: none"> • Mastputen: Futter, das diese Puten 5 Tage vor dem Schlachten erhalten haben • Schweine: Futter, das diese 28 Tage vor dem Schlachten erhalten haben 	
Für andere Kokzidiostatika	Für alle Futtermittel	1% des max. Gehalts, der für das Untermischen in Futtermitteln erlaubt ist
Tierarzneimittel	Zur Tierernährung bestimmte Erzeugnisse	Höchstgehalt in mg/kg (ppm), bezogen auf ein Futtermittel mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 12 %
Sulfadiazin-Natrium	Mischfutter für: <ul style="list-style-type: none"> - Legehennen - Mastküken und Mastputen - Schweine - Milchvieh 	<p>5</p> <p>8</p> <p>1</p> <p>1</p>
Sulfamethoxazol	Mischfutter für: <ul style="list-style-type: none"> - Legehennen - Mastküken und Mastputen - Schweine - Milchvieh 	<p>5</p> <p>8</p> <p>1</p> <p>1</p>
Doxycyclin	Mischfutter für: <ul style="list-style-type: none"> - Legehennen - Mastküken und Mastputen - Schweine - Milchvieh 	<p>8</p> <p>8</p> <p>10</p> <p>1 Batch²</p>
Oxytetracyclin	Mischfutter für: <ul style="list-style-type: none"> - Legehennen - Mastküken und Mastputen - Schweine - Milchvieh 	<p>1</p> <p>10</p> <p>10</p> <p>1 Batch²</p>
Ivermectin	Mischfutter für: <ul style="list-style-type: none"> - Legehennen - Mastküken und Mastputen - Schweine - Milchvieh 	<p>0,1</p> <p>0,1</p> <p>0,1</p> <p>1 Batch²</p>
Tiamulin	Mischfutter für: <ul style="list-style-type: none"> - Legehennen - Mastküken und Mastputen - Schweine - Milchvieh 	<p>1</p> <p>8</p> <p>10</p> <p>1 Batch²</p>

Tierarzneimittel	Zur Tierernährung bestimmte Erzeugnisse	Höchstgehalt in mg/kg (ppm), bezogen auf ein Futtermittel mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 12 %
Tilmicosin	Mischfutter für: - Legehennen - Mastküken und Mastputen - Schweine - Milchvieh	1 4 10 1 Batch ²
Trimethoprim		Gekoppelt an Sulfadiazin und damit ausreichend gesichert.
Sonstige Futtermittel Zusatzstoffe / Tierarzneimittel	Erzeugnisse, die für Futtermittel bestimmt sind	Höchstgehalt in mg/kg (ppm), bezogen auf ein Futtermittel mit einem Feuchtigkeitsgehalt von 12 %
Sonstige Stoffe, für die eine Wartezeit gilt ³	Alle sonstigen Futtermittel für Tiere, die tierische Erzeugnisse produzieren, wie - Legehennen - Milchproduzierende Kühe, Ziegen, Schafe usw. - Mastküken und Mastputen (Futtermittel, das 5 Tage vor dem Schlachten gefüttert wurde) - Schweine (Futtermittel, das 28 Tage vor dem Schlachten gefüttert wurde)	1

- (1) Die Rückstandshöchstwerte betragen höchstens 50% der angegebenen Rückstandshöchstwerte für Futtermittel, und zwar berechnet auf Futtermittelbasis.
- (2) Futter für Milchvieh darf nicht direkt nach Futter mit diesen Zusatzstoffen und Tierarzneimitteln bereitet werden, das auf denselben Produktionsstraßen produziert wird.
- (3) Beispiele: Flubendazol, Carbadox, Olaquinox.

4 Ergänzende Bedingungen für die Überwachung von Rückständen

4.1 Allgemeines / Anlagen

Ein Unternehmen kann diverse Kontrollmaßnahmen durchführen, um gewährleisten zu können, dass Rückstände von kritischen Zusatzstoffen und Tierarzneimitteln die in der Tabelle von Abschnitt 3 genannten Höchstwerte nicht überschreiten.

Erläuterung

Zu beachten ist unter anderem Folgendes:

- *Verwenden Sie keine Zusatzstoffe oder Tierarzneimittel mit Rückstandshöchstwerten*
- *Trennung zwischen Standorten, an denen Zusatzstoffe/Tierarzneimittel verwendet werden, und denen, wo dies nicht der Fall ist.*
- *Trennung von Produktionsanlagen und Transportvorrichtungen (mit kritischen Zusatzstoffen/Tierarzneimitteln und ohne) innerhalb eines Standortes.*
- *Entscheidung für weniger kritische Zusatzstoffe oder Tierarzneimittel.*
- *Nach (Medizinal-)Futtermitteln müssen die ersten 50-100 kg des hergestellten Futtermittel in eine Retourzelle gebracht werden.*
- *Verwendung von spezifischen Vorrichtungen (interner Transport, Mixer, Filter).*
- *Gute Wartung und gute Reinigung der Vorrichtungen.*
- *Dosierung von Tierarzneimitteln im Mixer oder in Schüttgutmischgeräten.*
- *Verwendung einer festen Dosierungsreihenfolge für Mikrokomponenten.*
- *Verwendung von kurzen Transportlinien / Verwendung von ausreichenden Leerlaufzeiten.*
- *Vermeidung von Orten, an denen sich Rückstände von Erzeugnissen bilden können.*
- *Anwendung einer strengen Produktionsreihenfolge / von Spülvorgängen. Siehe dazu Abschnitt 4.2.*

In allen GMP+-Standards wird erläutert, dass die Kontrollmaßnahmen validiert werden müssen und dass ihre Effektivität regelmäßig zu kontrollieren ist ('HACCP-Prinzipien'). Das gilt auch für die Kontrollmaßnahmen für die Überwachung von Rückständen von Tierarzneimitteln/Zusatzstoffen.

Bei der Anwendung einer spezifischen Produktionsreihenfolge zwecks Überwachung von Rückständen ist eine spezifische Validierung & Verifizierung erforderlich. Sie dazu Abschnitt 4.2.4.

Erläuterung

Validierung: ist gemäß den gemeinsamen HACCP-Prinzipien anzuwenden. Das Unternehmen muss sich davon vergewissern, dass eine bestimmte Kontrollmaßnahme zu dem erwarteten Ergebnis führt (= keine Rückstände oder innerhalb der Höchstwerte). Das Ergebnis der analytischen Untersuchung ist hier sehr nützlich. Nach jeder wesentlichen Änderung müssen die Kontrollmaßnahmen überprüft und - erforderlichenfalls - ergänzt und validiert werden

Verifizierung: In regelmäßigen Abständen ist zu prüfen, ob die angewandten Kontrollmaßnahmen nach wie vor zu dem erwarteten Ergebnis führen (= keine Rückstände oder innerhalb der Höchstwerte).

4.2 Überwachung von Rückständen mittels der Produktionsreihenfolge

4.2.1 Allgemeines

Eine häufig angewandte Methode zur Überwachung von Rückständen ist das Spülen der Produktionsanlage nach der Verwendung von Tierarzneimitteln oder Zusatzstoffen, also die `Reinigung` einer Anlage.

Bei der Anwendung dieser Methode ist eine strenge Produktionsreihenfolge zu beachten, damit garantiert werden kann, dass die Rückstandshöchstwerte nicht überschritten werden.

Wenn das Spülen mit Futtermittel erfolgt, nachdem ein Medizinal-Futtermittel oder Futtermittel mit einem Kokzidiostatikum produziert wurde, ist zu gewährleisten, dass die Rückstandshöchstwerte der Tierarzneimittel oder Zusatzstoffe in diesem Futtermittel nicht überschritten werden.

Wenn für das Spülen ein Einzelfuttermittel verwendet wird, muss dieses nach Ende der Spülung mit großer Sorgfalt verwendet oder verarbeitet werden. Eine Risikoanalyse hat die richtige Verwendung dieses Einzelfuttermittels zu belegen. Dieses Einzelfuttermittel kann in einem Futtermittel mit demselben Kokzidiostatikum oder demselben Antibiotikum verwendet werden. Es kann auch als Abfall entsorgt werden.

Die Berechnung, die auf der Verschleppungsrate einer Produktionsanlage basiert, führt in den Partien, die nach der Partie, in dem das Unternehmen einen kritischen Zusatzstoff oder ein ebensolches Tierarzneimittel verwendet hat, zu den erwarteten (errechneten) Rückständen von kritischen Zusatzstoffen und Tierarzneimitteln.

Hinweis:

Der Höchstwert des Zusatzstoffes / Tierarzneimittels in der Vormischung ist die Konzentration, die nicht zu einem Wert dieses Zusatzstoffes / Tierarzneimittels führen darf, der 50 % über dem Höchstwert liegt, der für die Futtermittel bestimmt wird, wenn Hinweise für die Verwendung der Vormischung befolgt werden.

Erläuterung

Beispiel: Rückstandshöchstwert eines Zusatzstoffes für Futtermittel ist 1 ppm. Eine Vormischung darf max. 0.5 ppm zum Futtermittel beitragen (50 %). Wenn die Vormischung mit 5 % mit dem Futtermittel vermischt werden soll, beträgt der Rückstandshöchstwert für die Vormischung laut Anweisung 10 ppm.

Darüber hinaus haben Zusatzstoffe wie Kupfer und Zink Höchstwerte, die nicht überschritten werden dürfen. Siehe dazu GMP+ BA1. Achten Sie darauf, dass diese Höchstwerte nicht überschritten werden.

4.2.2 Verschleppungsrate der Anlage

4.2.2.1 Allgemeines

Ein Testverfahren – erläutert in Abschnitt 5 dieses Anhangs – ist für die Messung der Verschleppungsrate einer Anlage anzuwenden. Alle Produktions-, Verarbeitungs- und Transportlinien in einer Fabrik, die zu einer Verschleppung beitragen können, sind zu testen. Für weitere Details siehe Abschnitt 5.

4.2.2.2 Häufigkeit

Die Mindesthäufigkeit für die Messung der Verschleppungsrate in Produktions- und Transportlinien richtet sich nach dem (Futtermittel und der Vormischung mit dem) Zusatzstoff und dem Tierarzneimittel, das verwendet wurde, und danach, ob Futtermittel verarbeitet werden, für welche Rückstandshöchstwerte festgelegt wurden.

Wenn der Teilnehmer Erzeugnisse (oder Futter mit diesen Produkten) verarbeitet oder transportiert, für die in der Tabelle in Abschnitt 3 ein spezieller Rückstandshöchstwert festgelegt wurde, muss die Verschleppungsrate für die Linien, mit denen diese Produkte verarbeitet, hergestellt oder transportiert werden, bekannt sein. Wenn der Teilnehmer über solche Produktionslinien verfügt, muss er die Verschleppungsrate mindestens alle zwei Jahre messen.

Bei der Verarbeitung oder dem Transport eines anderen Erzeugnisses, das Rückstände in tierischen Erzeugnissen verursachen kann, muss der Teilnehmer die Verschleppungsrate mindestens einmal messen.

Die Verschleppungsrate ist erneut zu messen, wenn sich erhebliche Änderungen an der Anlage ergeben.

4.2.3 Sicherheitsfaktor

Die tatsächlichen Verarbeitungseigenschaften eines kritischen Zusatzstoffes oder Tierarzneimittels kann von den Tracern abweichen, die bei der Messung der Verschleppungsrate mithilfe einer der in Abschnitt 5 beschriebenen Methoden, verwendet wurden.

Um noch besser gewährleisten zu können, dass die tatsächlichen Rückstandshöchstwerte die errechneten (erwarteten) Rückstandshöchstwerte nicht überschreiten, kann ein Unternehmen bei der Berechnung der Produktionsreihenfolge einen sogenannten Sicherheitsfaktor anwenden. Wenn bei der Berechnung ein Sicherheitsfaktor angewandt wird, darf ein Unternehmen die Verifizierungshäufigkeit senken. Sie dazu Abschnitt 4.2.4.

Der standardmäßige Sicherheitsfaktor, der anzuwenden ist, beträgt "3". Allerdings sind in den Tabellen in Abschnitt 4.2.5. für einige kritische Zusatzstoffe und Tierarzneimittel andere Sicherheitsfaktoren festgelegt worden.

Erläuterung

Diese Sicherheitsfaktoren werden auf der Grundlage einer sogenannten Wandadhäsionsprobe gemessen, und zwar mithilfe eines speziell für diesen Zweck entwickelten Tests. Wenn ein Unternehmen diesen Test für die Messung einer spezifischen Wandadhäsionsprobe verwenden möchte, sollte er sich an GMP+ International wenden.

4.2.4 Validierung und periodische Verifizierung (Überwachung/'Monitoring')

4.2.4.1 Validierung

Jede ermittelte Produktionsreihenfolge muss ordnungsgemäß validiert werden, um die Effektivität der Überwachung von Rückständen zu belegen. Es müssen mindestens 2 Proben genommen und analysiert werden.

Wenn die Verschleppungsrate erneut gemessen und die Produktionsreihenfolge neu berechnet wurde, ist eine neue Validierung auszuführen.

4.2.4.2 Verifizierung

Um die dauerhafte Effektivität der verwendeten Produktionsreihenfolge belegen zu können, muss der Betrieb mittels der Analyse der Rückstandshöchstwerte in relevanten Futtermitteln Kontrollen ausführen.

- a) Sofern bei der Berechnung der Produktionsreihenfolge kein Sicherheitsfaktor verwendet wird: 4 Proben pro Jahr
- b) Wenn bei der Berechnung der Produktionsreihenfolge ein Sicherheitsfaktor verwendet wird: 2 Proben pro Jahr

Erläuterung

Dem Betrieb stehen hier zwei Möglichkeiten zur Auswahl. Wenn der Sicherheitsfaktor angewandt wird, ist die minimale Monitoringhäufigkeit pro Jahr niedriger.

Die Verifizierung ist mithilfe der Analyse des spezifischen Tierarzneimittels oder Zusatzstoffes auszuführen. Wenn bei der Herstellung mehr Tierarzneimittel oder Zusatzstoffe verwendet werden, muss das Arzneimittel/der Stoff mit dem höchsten Sicherheitsfaktor als Bestandteil der Verifizierung analysiert werden.

Die Analyse ist von einem dafür zugelassenen Labor durchzuführen (siehe dazu GMP+ BA10). Anhand der Detektionsgrenze der verwendeten Methode muss entschieden werden können, ob das verwendete System der Produktionsreihenfolge ausreichend ist.

4.2.5 Ergänzende Informationen zum Sicherheitsfaktor

Tabelle 1: Ergänzende Informationen zum Sicherheitsfaktor für bestimmte Kokzidiostatika und Histomonostatika, die mithilfe der sogenannten Wandadhäsionsprobe getestet wurden.

Name	Hersteller	Multiplikationsfaktor	
		Schweine	Sonstige
Mischung von Narasin und Nicarbazin			
Maxiban G 160 premix	Eli Lilly	3	1
Lasalocid-Natrium			
Avatec 15% CC	Roche	1	1
Robenidin-Hydrochlorid			
Cycostat 66G	Roche	1	1
Monensin-Natrium			
Elancoban G200 premix	Eli Lilly	1	1
Coxidin (5 1 701)	Huvepharma	1	1
Narasin			
Monteban G100 premix	Eli Lilly	1	1
Halofuginon-Hydrobromin			
Stenorol	Huvepharma	1	1
Diclazuril			
Clinacox 0,5 % Premix	Janssen Pharmaceutica nv	2	2
Salinomycin-Natrium			
Sacox 120 microGranulate	Huvepharma	1	1
Kokcisan 12%	KRKA	1	1

Tabelle 2: Ergänzende Informationen über den Sicherheitsfaktor für bestimmte Vormischungen mit medizinischer Wirkung, die mithilfe der sogenannten Wandadhäsionsprobe getestet wurde.

Name	Hersteller/Importeur	Multiplikationsfaktor	
		Schweine	Sonstige
Doxycyclinehydrochlorid/bromhexinhydrochlorid			
Feedmix Doxy-B	Dopharma Research B.V.	2,5	2,5
Pulmodox 5% Premix	Virbac Laboratories	2,5	2,5
Doxyprex	Industrial Veterinaria S. A.	2,5	2,5
Sulfadiazinenatrium/Trimethoprim			
Feedmix Trim/sul 80/420	Aesculaap BV	3	3
Trimethosulf premix	Eurovet Animal Health B.V.	3	2
Feedmix sulfatrim	Dopharma Research B.V.	3	3
Sulfamethoxazol/Trimethoprim			
Feedmix TS	Dopharma Research B.V.	3	3
Vetmulin 10% premix voor gemedicineerd voeder	Huvepharma N.V.	1	1

Name	Hersteller/Importeur	Multiplikationsfaktor	
		Schweine	Sonstige
Tilmicosinefosfat			
Tilmovet 10%, premix für Medizinisierte Schweinfutter	Huvepharma N.V.	1	1
Tilmovet 4%	Huvepharma N.V.	1	1
Tilmovet 20%, premix für Medizinisierte Schweinfutter	Huvepharma N.V.	1	1
Tylosinefosfat			
Pharmasin 20 mg/g premix	Huvepharma N.V.	1	1
Pharmasin 100mg/g Premix für Medizinisierte Futter für Schweine, Mastküken und Junghennen.	Huvepharma N.V.	1	1
Pharmasin 250mg/g Premix für Medizinisierte Futter für Schweine, Mastküken und Junghennen.	Huvepharma N.V.	1	1
Flubendazol (diverse Mischungen)		3	3
Ivermectin (diverse Mischungen)		3	3

5 METHODEN ZUR MESSUNG DER VERSCHLEPPUNGS-RATE

5.1 Einleitung

Zur Messung der Verschleppungsrate muss der Teilnehmer die Protokolle aus diesem Teil der Anlage verwenden.

Die Berichterstattung zur Untersuchung der Verschleppungsrate muss nähere Anforderungen erfüllen. Siehe dazu die Beschreibung der Methoden (siehe Abschnitt 2, Paragraph: Untersuchungsberichte).

Hinweis: In Erwartung der Revision der Verschleppungsmessmethoden ist es gestattet, dass Unternehmen von der festgelegten Methode abweichen, sofern das Prinzip der Messung nicht beeinflusst wird und gleichwertige Ergebnisse erzielt werden.

In bestimmten Ländern sind im Gesetz spezielle Bedingungen für die Messung der Verschleppungsrate festgelegt. Die Ergebnisse dieser Messungen werden durch einen entsprechenden Nachweis der Einhaltung der GMP+-Bedingungen auch akzeptiert.

5.2 Allgemeine Ausgangspunkte in Bezug auf die Messung der Verschleppungsrate

Bei der Messung der Verschleppungsrate von Zusatzstoffen in einer Anlage muss anhand eines Blockschemas (eine graphische Darstellung von z. B. eine Fabrik) und der tatsächlichen Lage in der Produktionsstätte im Voraus ermittelt werden, in welchen Teilen der Produktionsstätte eine relevante Verschleppung erfolgen könnte.

Ein Ausgangspunkt bei der Ermittlung der Verschleppungsrate in einem Unternehmen ist, dass die Verschleppungsrate infolge von Rückströmen bekannt ist und gelenkt wird.

Verschleppungspunkte

Die Verschleppung in einer (Mischfutter-) Produktionsstätte kann bei folgenden Prozessen auftreten.

1. Füllung der Vormischungssilos

Das Füllen der Vormischungssilos kann zu Verschleppung führen. Anhand des Blockschemas kann geprüft werden, ob Gründe zur Annahme, dass dort eine Verschleppung stattfindet, bestehen. Kritische Punkte sind gemeinschaftliche Transportsysteme, Schieber, Trennsysteme und Filter.

Bei mechanischen Transportsystemen wie Redlern, Hebewerken und Förderschnecken tritt immer Verschleppung auf und ist es angebracht, diese Verschleppung einmalig zu messen. Dabei müssen ausreichend lange Leerlaufzeiten (10 Minuten) beachtet werden.

Bei einer pneumatischen Füllung, mit getrennten Filtern für jedes Silo, braucht nicht mit Verschleppung gerechnet zu werden. Wenn ein gemeinschaftlicher Filter benutzt wird, muss der Filter während mindestens 10 Minuten nach dem Löschen an demselben Silo, in dem die Füllung stattgefunden hat, entstaubt werden.

Es hat eine Vorschrift zur Schüttungsreihenfolge zu bestehen, wodurch unerwünschte Vermischungen vermieden werden.

In dieser Situation muss sichergestellt werden, dass unakzeptable Rückstandsniveaus nicht mehr vorkommen.

2. Dosier-, Mahl- und Mischlinie

Die größte Verschleppung von Zusatzstoffen und Tierarzneimitteln tritt beim Dosieren (Beigeben von Zusatzstoff o. Tierarzneimittel), (eventuell Mahlen), Mischen, Transport, und der Lagerung des mehlartigen Erzeugnisses in einer Fertigproduktzelle oder einer Pressmehlzelle auf.

Die Stelle für die Zugabe von Vormischungen muss möglichst nahe beim Mischer liegen. Wichtig ist, dass der Messstoff an derselben Stelle wie der Zusatzstoff und das Tierarzneimittel beigegeben wird.

3. Presslinie

Zugleich kann in der Presslinie eine erhebliche Verschleppung auftreten. In dem Maße wie die Matrizen der Presse(n) größer werden, nimmt auch die Verschleppung zu. Außerdem können Zwischenbunker mit Vorrat eine Ursache von Verschleppung sein.

Ein Punkt besonderer Aufmerksamkeit sind die Rückströme, die während des Pelletierens direkt in das Pressmehlsilo zurückgeführt werden.

4. Beladung und Transport

Während der Lagerung eines fertigen Erzeugnisses, der Beladung und Transports wird nur für sehr kritische Zusatzstoffe und Tierarzneimittel (wie z.B. Nicarbazin und Sulfa-Präparat-Tierarzneimittel) eine Verschleppung von Bedeutung auftreten. In diesen Fällen liegt eine vorgeschriebene Arbeitsreihenfolge vor.

Die Verarbeitung von Siebresten der Schüttgutverladung ist ein weiterer kritischer Punkt. Eine eventuelle Verarbeitung solcher Siebreste muss mindestens den Anforderungen aus der Futtermittelgesetzgebung genügen und hat mithin auf eine sorgfältige und entsprechend gelenkte Art und Weise zu erfolgen. Eventuelle Siebreste aus Fütterungsarzneimitteln dürfen nicht erneut verarbeitet werden.

Wenn unerwünschte Verschleppung von kritischen Zusatzstoffen und Tierarzneimitteln erwartet werden darf, kann das Unternehmen folgende Maßnahmen ergreifen:

1. Festlegung einer vorgeschriebenen Produktions-(Arbeits-)Reihenfolge.
2. ergänzende Maßnahmen durch Produktwechsel
3. Herstellung von Futtermitteln mit kritischen Zusatzstoffen und Tierarzneimitteln auf einer anderen Linie
4. Wechsel auf weniger kritische Mittel.

Messpunkte zur Messung der Verschleppung

Die wichtigsten Verursacher von Verschleppung sind die Dosier-, Mahl-, Misch-, und Presslinie. Zu diesen Linien muss die Verschleppungsrate bekannt sein, wenn auf diesen Linien sowohl Futtermittel mit kritischen Zusatzstoffen und Tierarzneimitteln als Futtermittel mit einem Höchstverschleppungsniveau produziert wird. Um zu einer zuverlässigen Feststellung zu gelangen, sind die nachstehenden Messpunkte wichtig.

Zur Messung der Ausgangsgehalte der Mischung: nach dem Mischer, jedoch möglichst nahe beim Mischer.

- a. Zur Messung der Verschleppung auf der Dosier-, Mahl- u. Mischlinie: beim Einlauf der Pressmehlzelle bei der Korn- o. Granulatherstellung oder der Fertigproduktzelle bei der Mehlherstellung.
- b. Zur Messung der Verschleppung auf der Dosier-, Mahl-, Misch- und der Presslinie: beim Einlauf der Fertigproduktzelle bei der Korn- o. Granulatherstellung.

Die Verschleppungsrate, die in dieser Weise bestimmt wird, wird als anlageneigene Verschleppungsrate betrachtet.

Möglich Messstoffe

Um zuverlässige Aussagen zu erhalten, ist es wichtig einen Messstoff zu wählen, der sich auch auf niedrigem Niveau gut analysieren lässt. Folgende Messstoffe sind zugelassen. Zugleich wurde angegeben, bis zu welcher Genauigkeit diese Mittel verwendet werden können, um die Verschleppung in einer Anlage festzustellen.

Methoden	Abschnitt	Untergrenze ¹ für die Genauigkeit der Verschleppungsuntersuchung in %. ¹⁾
Kobaltchlorid 100 ppm	5.4	1
Kobaltsulfat		1
- 100 ppm	5.4.1	3
- 50 ppm	4.2.1	5
- 25 ppm	4.2.2	
Eiweiß/Mangan	5.5	Siehe die Tabelle in 5.5
FSS-Lake 100 ppm	5.7	1
F-Lake 100 ppm	5.7	1
FSS-Lake 10 ppm	5.7	1
RF-Microtracer (mittels Wiegen)	5.8	1
Methylviolett	5.9	1

¹⁾ Abschnitt 5.6 enthält eine Methode zur Messung der Verschleppungsrate der Produktionsanlage für Vormischungen und Zusatzstoffe.

Berichterstattung zur Untersuchung

Eine gute Berichterstattung zur Untersuchung ist wichtig, so dass sich die Ergebnisse anwenden lassen, Maßnahmen festgelegt und deren Umsetzung gut kontrolliert werden können. Diese muss auf einem wohlgedachten und gut umschriebenen Protokoll, das zuvor mit den Durchführenden durchgesprochen wurde, und auf einer sorgfältigen Umsetzung dieses Protokolls basieren. Deshalb müssen mindestens folgenden Punkte erfasst werden:

1. Datum
2. wer ist für die Verschleppungsuntersuchung verantwortlich
3. Beschreibung der angewandten Methode
4. ein Schema der Anlage mit der Andeutung
 - a. auf welcher Mahl, Misch- u Presslinie die Untersuchung durchgeführt wurde
 - b. an welcher Stelle der Messstoff beigegeben wurde
 - c. der Probenentnahmepunkte
5. Anzahl und Größe der Proben
6. zeitlicher Intervall der Probenentnahme
7. Analyseergebnisse
8. adäquate Berechnung der Verschleppungsrate
9. eventuelle Probenvorbehandlung wie Mahlen, Homogenisieren, Teilen und/oder Zusammenfügen.

¹ Die Untergrenze der Verschleppung ist die Verschleppungsrate, über die mit der angewandten Methode noch eine zuverlässige Aussage gemacht werden kann. Sofern die Verschleppungsrate niedriger ist, muss mindestens die hier erwähnte Verschleppungsrate verwendet werden.

Neue Messstoffe

Neue Messstoffe können auf der Grundlage einer Untersuchung zugelassen werden, im Rahmen derer eine Validierung hinsichtlich der Referenzmethode (Kobaltmethode) erfolgt ist. Der Validierungsbericht muss mindestens folgende Elemente enthalten:

- a. Namens- und Anschriftdaten des Antragstellers und der Forschungsanstalt
- b. Begründung u. Problemstellung
- c. Eigenschaften hinsichtlich
 1. der zu verwendenden Futtermittelanlage (u.a. Mischer, Pressanlage, Kühler)
 2. der Referenzmessstoffe und der zu untersuchenden Messstoffe
 3. des Probenentnahmeplans in Bezug auf die zu entnehmenden Proben in den verschiedenen Spülchargen
 4. der Probenvorbereitung im Labor
 5. der einzusetzenden Analysemethoden
 6. der zu verwendenden statistischen Methoden
- d. Analyseergebnisse
- e. statistische Verarbeitung der Analyseergebnisse
- f. Schlussfolgerungen
- g. Referenzen

Der Bericht kann zur Bewertung durch ein Sachverständigengremium bei GMP+ International eingereicht werden.

5.3 Prüfverfahren für die Prozessgenauigkeit mit Kobalt (Referenzmethode)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Diese Prüfungsmethode zur Feststellung der Einheitlichkeit von Mehlen und Körnern kann auf in Mischfuttermittelbetrieben gängige Vormischungen und Mischungen aus gemahlene Mischfuttermittel-Ausgangserzeugnissen angewendet werden.

Die Methode kann zugleich eingesetzt werden, um eine Indikation der Verschleppung, die in Mischfuttermittel-Ausgangserzeugnissen auftritt, zu erhalten.

2. DEFINITIONEN

Produktionsanlage: Unter einer Produktionsanlage wird eine Anlage verstanden, die sich zur Zubereitung von Mischfuttermitteln eignet.

Kobaltmischung: Unter Kobaltmischung wird eine Mischung aus Weizengrieß und Kobaltchloridhexahydrat in einem solchen Mischungsverhältnis verstanden, dass der Gehalt an Kobalt in der Kobaltmischung mindestens 5 % und höchstens 6 % beträgt, und die entsprechend den geltenden Standardarbeitsvorschriften gemäß Abschnitt 17 dieser Prüfungsmethode bereitet wurde.

3. PRINZIP

Das Prüfverfahren zur Feststellung des Maßes der Einheitlichkeit von Mehlmischungen bei der Zubereitung von Mischfuttermitteln macht Gebrauch von einer Kobaltmischung, die, was die Eigenschaften der Mischung betrifft, gängige Zusatzstoffe zu Mischfuttermitteln ersetzen kann.

Das Prüfverfahren umfasst die Verarbeitung von drei Chargen derselben Futtermischung. Die erste Charge spült die Produktionsanlage und hilft den betreffenden „natürlichen“ Kobaltgehalt im betreffenden Futtermittel festzustellen. Der zweiten Charge wird die Kobaltmischung (siehe Abschnitt 2) beigegeben. Der Kobaltgehalt von Proben aus Mehl und Körnern aus der zweiten Futtermittelcharge wird bestimmt. Die dritte Produktionscharge besteht aus reinem Futtermittel ohne Kobaltmischung. In Mehl- und Körnerproben aus dieser Charge wird ebenfalls der Gehalt an Kobalt bestimmt. Dieser Gehalt gibt ein Bild der Verschleppung, die in dieser Produktionsanlage auftritt.

Der Gehalt an Kobalt in den entnommenen Proben wird mit Hilfe von Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) nach einer Hitzebehandlung der Analyseprobe (550 °C) bestimmt.

4. GERÄTE UND HILFSMITTEL

Zur Durchführung des Prüfverfahrens sind nötig:

- a. 110 Kunststoffbehältnisse mit Deckel mit einem Inhalt von 500 ml zur Aufbewahrung der Mehl- und Körnerproben
- b. eine Kunststoffschaufel zur Entnahme der Proben.

Die genannte Anzahl Behältnisse ist nötig, wenn an einem Punkt der Produktionsanlage Mehlproben und an einem anderen Punkt Körnerproben entnommen werden. Für jeden weiteren Probenentnahmepunkt sind 48 Behältnisse von jeweils 500 ml erforderlich.

Man muss über ein Labor verfügen, das in der Lage ist, Kobaltbestimmungen mit Hilfe der Atomabsorptionsspektrometrie durchzuführen. Mit diesem Labor müssen rechtzeitig Vereinbarungen getroffen werden, so dass die Analysen nach der Probenentnahme schnell durchgeführt werden können.

5. BENÖTIGTE UNTERNEHMENSANGABEN

Beim Mischfuttermittelbetrieb, bei dem das Prüfverfahren durchgeführt werden soll, wird zuvor angefragt:

- a. ein Blockschema der Produktionsanlage, in dem während der Durchführung selber angegeben werden kann, wo die Zugabe der Kobaltmischung erfolgt und wo die Proben entnommen werden.

Während der Durchführung des Prüfverfahrens werden angefragt:

- b. die Computerausdrucke oder Kopien davon, aus denen Folgendes ersichtlich zu sein hat:
 1. die Zusammensetzung der Futtermittelmischung
 2. das vom Computer angeforderte Chargengewicht und
 3. das tatsächliche Chargengewichtoder wenn keine Automatisierung vorhanden ist:
 1. die Zusammensetzung der Futtermittelmischung
 2. das berechnete Chargengewicht durch Addition der je Komponente abgewogenen Mengen
 3. die Ablesung des tatsächlichen Chargengewichtes.

Um das Chargengewicht vor dem Mischer und vor der Körnerpresse berechnen zu können, werden angefragt:

- c. wo und wie viel Melasse, Vinasse und andere flüssige Zutaten dem Hauptstrom des Futtermittels zugefügt wurden und
- d. wo und wie viele Fette usw. dem Futtermittelstrom zugefügt wurden. Die angeforderten Zugabepunkte werden in dem Blockschema angegeben.

6. ZUGABE DER KOBALTMISCHUNG

Der zweiten Mischfuttermittelcharge wird eine Kobaltmischung (siehe Paragraph 2) mit einem nominalen Kobaltgehalt von mindestens 5 % und höchstens 6 % beigegeben.

Die Stelle, an der die Kobaltmischung beigegeben wird, ist von der zu messenden Verschleppungsstrecke (siehe 7.1) abhängig. Die gewählte Stelle der Zugabe und der Probenentnahme(n) muss im Blockschema der Produktionsanlage angegeben werden.

Es ist eine Kobaltmischungsmenge beizugeben, die einer Dosierung von 2,0 kg pro Tonne Mischfuttermittel entspricht. Es darf von dem vom Prozesscomputer angeforderten Chargengewicht ausgegangen werden.

7. ENTNAHME UND BEHANDLUNG VON PROBEN

7.1 Betriebsproben

7.1.1 Entnahme der Proben

Während der Durchführung des Prüfverfahrens in einem Mischfuttermittelunternehmen werden an den vorher bestimmten Stellen Proben entnommen, und zwar

- a. nach dem Mischer, jedoch möglichst nahe beim Mischer (siehe 13.1)
- b. aus dem Einlauf des Fertigproduktsilos (im Falle von Mehlherstellung) oder aus dem Pressmehlsilo
- c. aus dem Einlauf des Fertigproduktsilos (im Falle von Mehlherstellung)
- d. einem anderen gewünschtem Endpunkt zur Ermittlung einer zutreffenden Verschleppstrecke.

Wenn an den gewünschten Stellen der Mehl- oder Körnerstrom nicht erreichbar ist, müssen, im Einvernehmen mit dem Unternehmen, geeignete Öffnungen angebracht werden.

Mehlproduktion

Aus der ersten Charge werden unmittelbar nach dem Mischer ausschließlich Mehlproben, entnommen, und zwar 10 Proben zur Kobaltbestimmung und weitere 4 Proben zur Ermittlung des Feuchtigkeitsgehaltes.

Aus der zweiten Charge werden 20 Mehlproben (direkt nach dem Mischer) und 20 Mehlproben von 500 ml (aus dem Einlauf des Fertigproduktsilos) entnommen und 4 Mehlproben (nach dem Mischer) und 4 Mehlproben (Einlauf Fertigproduktzelle) zur Feuchtigkeitsbestimmung.

Aus der dritten Futtermittelcharge werden 20 Mehlproben (direkt nach dem Mischer) und 20 Körnerproben von 500 ml (aus dem Einlauf der Fertigproduktzelle) zur Kobaltbestimmung entnommen und nochmals 4 Mehlproben (nach dem Mischer) und 4 Körnerproben (Einlauf der Fertigproduktzelle) zur Feuchtigkeitsbestimmung.

Körnerproduktion

Aus der ersten Charge werden unmittelbar nach dem Mischer ausschließlich Mehlproben, entnommen, und zwar 10 Proben zur Kobaltbestimmung und weitere 4 Proben zur Ermittlung des Feuchtigkeitsgehaltes.

Aus der zweiten Charge werden 20 Mehlproben (direkt nach dem Mischer) und 20 Körnerproben von 500 ml (aus dem Einlauf der Fertigproduktzelle) zur Kobaltbestimmung entnommen und nochmals 4 Mehlproben (nach dem Mischer) und 4 Körnerproben (Einlauf der Fertigproduktzelle) zur Feuchtigkeitsbestimmung.

Aus der dritten Futtermittelcharge werden 20 Mehlproben (direkt nach dem Mischer) und 20 Körnerproben (aus dem Einlauf der Fertigproduktzelle) von 500 ml zur Kobaltbestimmung entnommen und nochmals 4 Mehlproben (nach dem Mischer) und 4 Körnerproben (Einlauf der Fertigproduktzelle) zur Feuchtigkeitsbestimmung.

Wenn man eine Aufschlüsselung der Verschleppung in Dosier-, Mahl- u. Mischlinie einerseits und Presslinie andererseits erstellen möchte, muss man bei der zweiten und dritten Charge auch 20 Mehlproben zur Kobaltbestimmung und 4 Mehlproben zur Feuchtigkeitsbestimmung beim Einlauf des Pressmehlsilos entnehmen. Die Arbeitsweise entspricht der Bestimmungsmethode für die Mehlproduktion.

Probenbehältnisse

Alle Probenbehältnisse werden vor Beginn der Herstellung der ersten Futtermittelcharge mit einem Probencode versehen. Sobald der Mehl- und/oder Körnerstrom der zu untersuchenden Charge durchzulaufen beginnt, werden - möglichst gut über die Laufzeit der Charge verteilt - 20 Mehlproben und 20 Körnerproben von 500 ml entnommen. Die Probenbehältnisse müssen bis zum Rand gefüllt sein, um einer Entmischung (bei Mehlproben) möglichst weitgehend vorzubeugen.

Anmerkung: Es ist im Zusammenhang mit dem repräsentativen Charakter der Proben für die Charge insgesamt sehr wichtig, dass die Proben möglichst gut verteilt über die Laufzeit der Charge entnommen werden.

7.1.2 Behandlung der Proben

Jede Mehl- und Körnerprobe wird in einer hierzu geeigneten Mühle gemahlen. Die Mahlung muss zu 90 % ein Sieb von 1,00 mm passieren und zu 50 % ein Sieb von 0,50 mm. Verwenden Sie Siebe mit runden Löchern. Mahlen Sie die Proben nicht feiner als nötig ist, um einer Wärmentwicklung in der Mühle vorzubeugen.

Mahlen Sie die Mehl- und Körnerproben aus der ersten Charge, anschließend die aus der dritten Charge (Verschleppungscharge) und zum Schluss die aus der zweiten Futtermittelcharge. So werden die Proben in der Reihenfolge eines ansteigenden Kobaltgehaltes gemahlen.

Reinigen Sie die Mühle nach jeder Probe mit Hilfe von Pressluft.

Reinigen Sie die Mühle nach jeder Gruppe von 24 Proben sowohl mit Hilfe von Pressluft als auch, nach Demontage der dafür in Betracht kommenden Teile, durch Reinigung mit einer weichen Bürste. In der Mühle darf keine Verschleppung von Material der vorhergehenden Probengruppe zur nächsten auftreten.

Homogenisieren Sie jede Mahlung möglichst gut und geben Sie sie anschließend wieder in das ursprüngliche Behältnis.

7.1.3 Aufbewahren der Betriebsproben

Betriebsproben, die nicht innerhalb einer Woche nach Entnahme untersucht werden, müssen in einem gekühlten Raum, bei einer Temperatur von 35 Grad Celsius, gelagert werden.

7.2 Analyse der Proben

Zu untersuchende Proben, die in einem gekühlten Raum gelagert werden, müssen zumindest 16 Stunden vor Beginn der Untersuchung an den Platz gebracht werden, an dem diese stattfinden soll. Die Probenverpackung darf in diesem Zeitraum nicht geöffnet werden (siehe 13.2). Gehen Sie nach dem Ablauf des genannten Zeitraums wie nachstehend angegeben vor.

Homogenisieren Sie die zu untersuchende Mischung im Probenbehältnis möglichst gut, indem sie mit einem Löffel oder Spatel umgerührt wird.

Nehmen Sie aus der Betriebsprobe 2 Analyseproben der gewünschten Größe. Führen Sie an beiden Proben die Kobaltbestimmung durch.

8. BESTIMMUNG DES FEUCHTIGKEITSGEHALTES

Aus den zur Feuchtigkeitsbestimmung entnommenen Betriebsproben werden stets zwei Analyseproben entnommen.

In den Analyseproben wird der Feuchtigkeitsgehalt gemäß der festgelegten Methode in der Sammlung „Untersuchungsmethoden für Futtermittel“ der GMP+ International oder gemäß den Vorschriften von NEN 3332 bestimmt.

9. BESTIMMUNG DES KOBALTGEHALTES

9.1 Prinzip der Kobaltbestimmung

Die Bestimmung des Kobaltgehalts erfolgt mit Hilfe der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) nach Hitzebehandlung der Analyseprobe, und zwar gemessen durch einen Filter von 240,7 Nanometer nach Injektion dieser Auflösung in die Flamme des Apparates.

Mit Hilfe der zuvor angefertigten Lösungen mit einem genau bekannten Kobaltgehalt wird eine Eichgrafik erstellt. Die an den Analyseproben gemessenen Extinktionen werden dadurch auf Kobaltgehalte umgerechnet. Die Kobaltgehalte werden in *Parts per Million* (ppm) ausgedrückt.

Die den Analyseproben zugewiesenen Kobaltgehalte werden auf den „natürlichen“ Kobaltgehalt, der in den Mehlproben aus der ersten Produktionscharge bestimmt worden ist, korrigiert.

9.2 Standardproben

In der Arbeitsvorschrift zur Durchführung der Kobaltbestimmung mit Hilfe der Atomabsorptionsspektrometrie ist die Einbeziehung u. Berücksichtigung von Standardproben mit einem bekannten Gehalt an Kobalt in jeder Analyseprobenserie vorgesehen. Diese Standardproben dienen zur Kontrolle des gemessenen Kobaltgehaltes.

9.3 Abweichende Ergebnisse

Wenn der Kobaltgehalt zwischen zwei Analyseproben aus derselben Betriebsprobe sich um mehr als 5 % von den gemessenen Durchschnittswerten unterscheidet, müssen zwei neue Analyseproben aus der Betriebsprobe entnommen und untersucht werden (siehe 13.3).

10. BEARBEITUNG DER ERGEBNISSE

10.1 Abweichende Ergebnisse

Die Ergebnisse der Kobaltbestimmungen im Mischfuttermittel der drei Produktionschargen werden, insoweit es Betriebsproben betrifft, bei denen mehr als zwei Bestimmungen durchgeführt wurden, auf Abweichungen beurteilt. In solch einem Fall wählt man aus den verfügbaren Ergebnissen derselben Betriebsprobe die beiden Proben mit dem geringsten gegenseitigen Unterschied. Diese beiden Ergebnisse werden zur weiteren Berechnung benutzt. Auf diese Weise wird vorgebeugt, dass eine Varianzanalyse mit ungleicher Freiheitsgradanzahl durchgeführt werden muss.

Nach Zugabe der Kobaltmischung zum Futtermittel der zweiten Charge wird der Kobaltgehalt in der ersten entnommenen Probe niedriger als in den nächsten Proben sein [2]. Dies wird durch ein gewisses Maß an Verschleppung von „blanko/reinem“ Futtermittel aus der ersten zur zweiten Futtermittelcharge verursacht.

Dies darf bei der Feststellung der Einheitlichkeit des Futtermittels aus der zweiten Charge nicht unberücksichtigt bleiben. Obwohl dies statistisch gesehen nicht absolut exakt ist, werden deshalb die Kobaltgehalte der Proben aus der zweiten Charge nicht daraufhin beurteilt, ob deren Ergebnisse vom Durchschnitt abweichen, sondern werden sie alle zur Berechnung des Variationskoeffizienten der Einheitlichkeit verwendet. Wohl gilt weiterhin die Bestimmung des ersten Absatzes dieses Abschnitts. Die Tatsache, dass die Verteilung der Durchschnittsergebnisse der zwanzig Betriebsproben nicht „normal“, sondern etwas unkorrekt ist, wird ignoriert.

Bei den Proben der dritten Futtermittelcharge wird ein entgegengesetzter Effekt festgestellt. Jetzt weisen die ersten Proben infolge der Verschleppung des Kobalt enthaltenden Futtermittels aus der zweiten auf die dritte Charge einen relativ hohen Gehalt an Kobalt auf [2]. Gewöhnlich ist die Verteilung des Gehaltes an Kobalt in den Proben der dritten Charge sehr viel unzuverlässiger, als die in der dritten Charge. Deshalb werden die Ergebnisse der Kobaltbestimmungen in den Proben der dritten Charge nicht auf Abweichungen kontrolliert. Zugleich wird von der Berechnung eines Variationskoeffizienten für die Einheitlichkeit abgesehen und beschränkt man sich auf die Erstellung einer Grafik des durchschnittlichen Kobaltgehaltes je Probe für die Probennummer. Insoweit die Proben die gesamte Charge gut repräsentieren, d.h. gut verteilt über die gesamte Laufzeit entnommen werden, kann die durchschnittliche Verschleppung an Kobalt entweder als absoluter Wert oder als Prozentsatz des Gehaltes in Charge zwei berechnet werden.

10.2 Umrechnung auf Trockenstoff

Die gemessenen Kobaltgehalte gelten für die Analyseproben bzw. Betriebsproben mit dem bestehenden Gehalt an Feuchtigkeit (Produktbasis). Um mit den Gehalten an Kobalt weiter arbeiten zu können, müssen sie alle auf den Trockenstoff bezogen werden.

Verwenden Sie für diese Umrechnung folgende Formel:

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

Gemeint ist hier:

- C = der Gehalt an Kobalt auf Basis des Trockenstoffs in ppm.
 V = V = der Feuchtigkeitsgehalt der betroffenen Gruppe an Betriebsproben in %.
 C1 = der gemessene Gehalt an Kobalt auf Produktbasis in ppm.

Die gemessenen Kobaltgehalte im Trockenstoff werden um den „natürlichen“ Gehalt an Kobalt im Trockenstoff des Blankofuttermittels aus der ersten Charge verringert. Die so korrigierten Kobaltgehalte im Trockenstoff werden für die weitere Verarbeitung der Ergebnisse verwendet.

10.3 Die Verschleppung

Die Verschleppung in der Anlage pro Messpunkt wird nach diesem Prüfverfahren wie folgt berechnet.

Der Durchschnittsgehalt an Kobalt im Trockenstoff der Betriebsprobengruppe aus der dritten Charge geteilt durch den Durchschnittsgehalt an Kobalt im Trockenstoff der Betriebsprobengruppe aus der zweiten Charge. Durch Multiplizierung dieser Zahl mit 100 wird die Durchschnittsverschleppungsrate berechnet.

10.4 Die Varianzanalyse

Die gemessenen, korrigierten Kobaltgehalte auf Basis des Trockenstoffs der Proben aus der zweiten Charge werden als Elemente in einer Varianzanalyse verwendet. Die Ergebnisse für Mehl und für Körner werden getrennt analysiert.

In dieser Varianzanalyse werden als Quellen der Variation unterschieden:

- a. die Unterschiede zwischen Wiederholungen innerhalb der Betriebsproben und
- b. die Unterschiede zwischen dem Probendurchschnitt derselben Betriebsprobengruppe.

Die Varianzanalyse gibt als Ergebnisse:

- a. die Standardabweichungen zwischen Wiederholungen (oder innerhalb von Proben)
- b. die Standardabweichung zwischen Probendurchschnitten (oder zwischen Proben)
- c. den Durchschnittsgehalt an Kobalt pro Analyseprobe
- d. den Durchschnittsgehalt an Kobalt pro Betriebsprobengruppe
- e. die zu jeder Standardabweichung gehörende Anzahl an Freiheitsgraden.

Die berechneten Standardabweichungen werden, indem die Standardabweichung mit 100 multipliziert und das Erzeugnis anschließend durch den Durchschnittsgehalt an Kobalt der Betriebsprobengruppe geteilt wird, zu Variationskoeffizienten umgerechnet. Der so berechnete Variationskoeffizient zwischen Proben ist ein Maß für die am Messpunkt erreichte Einheitlichkeit.

Diese Umrechnung ist notwendig, da die Standardabweichung stark vom Kobalt-Niveau in den Betriebsprobengruppen abhängt.

Die arithmetische Durchführung der Varianzanalyse ist in nahezu jedem Handbuch über mathematische Statistik detailliert zu finden. (Siehe Beispiel [1]).

Die Kobaltgehalte der Analyseproben der dritten Charge werden für die Nummer der Probe grafisch festgehalten. Diese Kobaltgehalte eignen sich nicht für eine Varianzanalyse, da sie stark fluktuieren können und meistens nicht normal verteilt sind. Der Durchschnittsgehalt an Kobalt in der dritten Charge kann gemäß Abschnitt 10.3 berechnet werden.

11. BERICHTERSTATTUNG

Von jeder Betriebsprobengruppe eines Futtermittels werden folgende Angaben erfasst:

- a. der durchschnittliche Feuchtigkeitsgehalt der Betriebsprobengruppe (0,01 %)
- b. der Durchschnitt der korrigierten, gemessenen Kobaltgehalte auf Basis des Trockenstoffs von jeder der Analyseproben (0,1 ppm bei Kobaltniveaus von mehr als 10 ppm und 0,01 ppm bei Kobaltniveaus von 10 ppm oder weniger)

- c. der Durchschnitt der korrigierten, gemessenen Kobaltgehalte der Betriebsproben pro Gruppe (0,1 ppm bei Kobaltniveaus von mehr als 10 ppm und 0,01 ppm bei Kobaltniveaus von 10 ppm oder weniger)
- d. die berechnete Verschleppung in der Anlage gemäß dem Prüfverfahren.

Von jeder Betriebsprobengruppe aus der ersten und der zweiten Futtermittelcharge wird darüber hinaus Folgendes erfasst:

- a. die Standardabweichungen zwischen Wiederholungen (0,0001 ppm)
- b. die Standardabweichungen zwischen Probendurchschnitten (0,0001 ppm)
- c. die zu den Standardabweichungen gemäß Ziffer 4 und 5 gehörenden Freiheitsgradzahlen
- d. die Variationskoeffizienten zwischen Wiederholungen (0,01 %)
- e. die Variationskoeffizienten zwischen Probendurchschnitten (0,01%).

12. BEWERTUNG DER ERGEBNISSE

12.1 Wiederholgenauigkeit der Kobaltbestimmung

Der Variationskoeffizient zwischen den Wiederholungen ist ein Maß für die Wiederholbarkeit der Kobaltbestimmung einschließlich der Probenbehandlung. Der Variationskoeffizient zwischen Wiederholungen beträgt bei gut durchgeführten Bestimmungen ungefähr 3 bis 4 % [2]. Ist der Variationskoeffizient größer, so muss die Durchführung der Kobaltbestimmung näher untersucht werden.

Die Wiederholgenauigkeit (r) ist ein Faktor von 2,83 oder höher und beträgt daher pauschal 8,5 bis 11,3 %. Das bedeutet, dass bei der Durchführung einer zweifachen Bestimmung durch denselben Analytisten mit denselben Geräten in einem von 20 Fällen ein Unterschied zwischen den beiden Ergebnissen gefunden wird, der größer ist als der für die Wiederholgenauigkeit (r) angegebene Wert.

12.2 Einheitlichkeit des Materials

Der Variationskoeffizient zwischen Probendurchschnittswerten ist ein Maß für die Einheitlichkeit der Mehlmischungen oder Körner, aus denen die Betriebsproben entnommen worden sind. Statistisch gesehen ist die Betriebsprobengruppe nicht-homogen, wenn die Standardabweichung zwischen Probendurchschnitt und der Standardabweichung zwischen den Wiederholungen nicht mehr als einen Bezugsfaktor (F-Test) überschreitet. Bei sehr gering ausfallenden Standardabweichungen zwischen Wiederholungen führt dies zu einer nichteinheitlichen Mischung, obwohl dazu aus technologischen Gründen (noch) kein Anlass besteht.

13. ANMERKUNGEN

13.1 Erster Probenentnahmepunkt

Nach der Dosierung der verschiedenen Komponenten ist eine Futtermittelmischung nicht einheitlich. Auch nach der Vermahlung der Ausgangserzeugnisse in der Hammermühle ist das nur zum Teil der Fall. Oft werden feinere Ausgangserzeugnisse um die Hammermühle herum geleitet und direkt dem Futtermittel zugeführt. Im Mischer darf dann auch zunächst eine einheitliche Futtermittelmischung erwartet werden. Probenentnahme direkt aus dem Mischer ist schwierig, gefährlich und wird nicht empfohlen.

Deshalb sollte ein Probenentnahmepunkt nach dem Mischer verwendet werden. In den meisten Betrieben wird dies der Ausfluss des Bunkers unter dem Mischer sein.

13.2 Akklimatisieren der Betriebsproben

Betriebsproben, die nicht kurzfristig untersucht werden können, sollten, um Verderb vorzubeugen, in einem gekühlten Raum gelagert werden. Diese Proben müssen geraume Zeit, ehe tatsächlich mit der Untersuchung begonnen wird, in den Raum, in dem die Untersuchung stattfinden soll, gebracht werden. In diesem Zeitraum kann die Betriebsprobe sich an die Temperatur des Labors anpassen.

Diese Arbeitsweise beugt der Aussetzung des Probenmaterials an Kondensation von Feuchtigkeit aus der wärmeren Luft des Labors vor. Eine solche Kondensation macht es unmöglich den richtigen Feuchtigkeitsgehalt der Probe festzustellen. Durch eine nichthomogene Verteilung der kondensierten Feuchtigkeit auf dem Probenmaterial wird zugleich eine größere Streuung der Ergebnisse der Kobaltbestimmung gemessen werden.

13.3 Abweichende Ergebnisse der Kobaltbestimmung

Wenn zwei Kobaltbestimmungen von Analyseproben aus einer selben Betriebsprobe sich um mehr als 5 % im Wert unterscheiden, müssen zwei neue Analyseproben untersucht werden.

Dieses Verfahren führt meistens dazu, dass eines der vier Ergebnisse verworfen werden muss. Neben Betriebsproben mit Ergebnisse von zwei Analyseproben kommen so auch Proben mit drei oder manchmal vier nicht abweichenden Ergebnissen vor. Dies erschwert die Durchführung der Varianzanalyse. Die Statistiker haben Rechenmethoden entwickelt, um mehr als zwei gültige Ergebnisse durch zwei Ergebnisse zu ersetzen, die auf dieselbe Weise zur Varianz der Ergebnisse beitragen.

Da eine Abwägung zwischen der Einheitlichkeit und Nichteinheitlichkeit einer Mischung auf einer technologischen Vereinbarung in Bezug auf die zu handhabenden Grenzwerte des Variationskoeffizienten beruht, wurde eine Vereinfachung der Methode gewählt.

Aus dem Satz von drei oder vier Ergebnissen, von denen ein oder zwei Ergebnisse abweichend sind, werden die abweichenden Ergebnisse für ungültig erklärt. Bleiben drei gültige Ergebnisse übrig, werden die beiden Ergebnisse mit dem geringsten gegenseitigen Unterschied verwendet. Auf diese Weise bleibt die Varianzanalyse aus Betriebsproben mit jeweils zwei Wiederholungen bestehen.

14. SICHERHEIT

Das Prüfverfahren wird in den meisten Fällen unter Praxisumständen in einem Mischfuttermittelunternehmen durchgeführt.

Für diejenigen, die ein Prüfverfahren in einem Mischfuttermittelunternehmen durchführen, gelten die nachfolgenden Sicherheitsregeln:

- a. Die Durchführenden informieren sich vor Beginn der Durchführungsarbeiten über die in dem Mischfuttermittelunternehmen geltenden Sicherheitsvorschriften.
- b. Während des Aufenthaltes im Mischfuttermittelunternehmen sind die Durchführenden verpflichtet, die Sicherheitsvorschriften zu befolgen.
- c. Während der Zugabe von kobalthaltigen Vormischungen zum Hauptstrom des Futtermittels müssen Schutzhandschuhe und ein Atemwegschutz in Form eines Mund- u. Nasenschutzes getragen werden.

15. VERARBEITUNG KOBALTHALTIGER MISCHFUTTERMITTEL

Der zweiten Futtermittelcharge, die im Rahmen des Zugabeverfahrens hergestellt wird, wird eine kobalthaltige Mischung in einer Dosierung von 2 kg pro Tonne Futtermittel beigegeben. Das Mischfuttermittel enthält dadurch ungefähr 100 ppm Kobalt. Dieses Futtermittel muss in einer gesonderten Zelle gelagert und darf nicht in den Handel gebracht werden.

Es wird empfohlen das kobalthaltige Futtermittel derartig zu verschneiden, dass die Konzentration an Kobalt in dem letztendlich für den Handel bestimmten Futtermittel nicht mehr als 2 ppm beträgt. Hierbei ist das in den Ausgangserzeugnissen bereits vorhandene Kobalt zu berücksichtigen.

Das Futtermittel aus der dritten Charge enthält meist nur geringe Mengen Kobalt. Angesichts des Umstandes, dass die Verschleppungsrate vorher nicht bekannt ist, muss man mit recht hohen Abweichungen des Kobaltgehalts in diesem Futtermittel rechnen. Es wird empfohlen auch dieses Futtermittel gesondert zu lagern und ausreichend zu verschneiden.

Wünscht das Mischfuttermittelunternehmen das Futtermittel auf keinerlei Weise zu gebrauchen, ist das Futtermittel als chemischer Abfall zu betrachten und als solcher zu behandeln und zu entsorgen.

16. LITERATUR

- a. Snedecor, G.W. und W.G. Cochran
Statistical Methods
6th edition, 1969
The Iowa State University Press, Ames, Iowa, USA.
- b. Nieman, W., J. Hulshoff, A.J. Vooijs und H. Beumer
De bestaande mate van kwaliteitszorg in de mengvoedersector (Das bestehende Maß an Qualitätsmanagement in der Mischfuttermittelwirtschaft)
Deel II: (Teil II:) (Teil II:) Onderzoek naar de procesnauwkeurigheid bij de verwerking van toevoegingsmiddelen in drie pilotbedrijven met behulp van een kobalthoudende premix (Untersuchung auf die Prozessgenauigkeit bei der Verarbeitung von Zusatzstoffen in drei Pilotprojekten mit Hilfe einer kobalthaltigen Vormischung).

17. STANDARDVORSCHRIFTEN ZUR ZUBEREITUNG VON KOBALTMISCHUNGENEinleitung

Die Kobaltmischung für die Durchführung des Prüfverfahrens wird aus Weizengrieß und Kobaltchloridhexahydrat unter feuchten Verhältnissen bereitet. Dadurch wird erreicht, dass das Kobalt sehr gut in der Kobaltmischung verteilt wird und die Eigenschaften der Kobaltmischung, insbesondere das spezifische Gewicht, sich wenig vom Mischfuttermittel unterscheiden.

Zutaten

- a. Weizengrieß, gut definierte Qualität, als Trägerstoff
- b. Kobaltchloridhexahydrat, Reinheit mindestens 99 %
- c. Wasser von zumindest Leitungswasserqualität

Geräte

- a. Mischanlage, die sich für trockene und feuchte Erzeugnisse eignet, z. B. Nauta-Mischer mit Stückzerkleinerer
- b. Geräte zum Zerstäuben unter Druck (Pressluft)
- c. Trockengeräte mit verstärkter Lüftung
- d. Mahlanlagen, worunter eine Mühle mit hoher Drehzahl
- e. Siebgeräte.

Sicherheitsmaßnahmen

Bei der Arbeit mit Kobalt, insbesondere beim Zerstäuben, Mahlen und Sieben müssen Mund- und Nasenschutz verwendet und geeignete Handschuhe getragen werden.

Zubereitung der Kobaltnischung

Die benötigten Mengen Kobaltchloridhexahydrat und Weizengrieß werden abgewogen. Das Kobaltchloridhexahydrat wird in Wasser aufgelöst (ungefähr doppelte Menge Wasser als Gewichtsmenge). Die Mischung wird erforderlichenfalls leicht erhitzt (auf höchstens 50 °C), bis eine klare Lösung entstanden ist. Die Lösung wird quantitativ in den Druckbehälter der Zerstäubereinrichtung übertragen. Der abgewogene Weizengrieß wird in den Mischer eingebracht, wonach der Mischer gestartet und der Druckbehälter unter Druck gebracht wird (ca. 2-2,5 bar). Danach wird die Zufuhr zum Sprüher im Mischer geöffnet, so dass die Zerstäubung dieser Lösung beginnt. Nach der vollständigen Zerstäubung der Kobaltchloridhexahydratlösung, eventuell in zwei oder mehr Etappen (Volumen Druckbehälter), müssen alle Geräte, die zur Zubereitung und Zerstäubung der Kobaltlösung verwendet wurden, 3 x mit einer geeigneten Menge Wasser nachgespült werden. Die feuchte Kobaltnischung wird noch 15 Minuten nachgemischt.

Danach wird der Mischer möglichst vollständig geleert und die Mischung während 24 Stunden bei ca. 60 °C in einem Trockner mit verstärkter Lüftung getrocknet.

Das so getrocknete Material wird mit einer Mühle mit hoher Drehzahl gemahlen (z. B. eine Stiftmühle) und danach über einem Sieb mit einer Maschenweite von höchstens 500 µm abgesiebt. Der Umschlag des Siebs kann nochmals gemahlen und durch dasselbe Sieb abgesiebt werden.

Die Aussiebung wird zusammengebracht, in einem Mischer homogenisiert und hermetisch verpackt, und zwar vorzugsweise in Einheiten, geeignet sich für die sofortige Verwendung im Prüfverfahren (d.i. 2 kg/Tonne) eignen.

Auf der Verpackung wird angegeben:

- a. Name des Erzeugnisses (Kobaltnischung)
- b. Abfüllgewicht
- c. Herstellungsdatum, Chargen- und Berichtsnummer
- d. die nominale Kobaltkonzentration
- e. die Folge Nummer der Verpackung aus der Charge
- f. Sicherheitsmaßnahmen.

Es ist zu berücksichtigen, dass die getrocknete Kobaltnischung einigermaßen hygroskopisch ist. Es wird empfohlen, in einer trockenen Umgebung zu arbeiten und die Mischung nur möglichst kurz der Luft auszusetzen.

Probenentnahme und Berichterstattung

Während des Verpackens der Kobaltnischung werden mindestens vier Proben aus jeder homogenisierten Partie genommen. Davon sind zwei zur Feuchtigkeitsbestimmung und eine zur Bestimmung der Verteilung der Teilchengrößen vorgesehen, wobei mindestens eine Reserveprobe aufbewahrt wird.

Von der derart zubereiteten Kobaltnischung wird in einem Bericht mindestens Folgendes erfasst:

- a. Herkunft und Charakterisierung des Weizengrießes
- b. Herkunft und Reinheit des Kobaltchloridhexahydrats
- c. die verwendeten Mengen Trägersubstanz, Kobaltsalz und Wasser
- d. der durchschnittliche Feuchtigkeitsgehalt der Mischung nach dem Homogenisieren
- e. der berechnete Kobaltgehalt der Kobaltnischung
- f. die Verteilung der Teilchengröße der Kobaltnischung.

5.4 Prüfverfahren für die Verschleppung bei der Mischfuttermittelzubereitung mit Hilfe von Kobaltmischungen

Hinweis: Diese Methode wird nicht mehr verwendet. Aus diesem Grund wird dieser Teil entfernt, sobald alle GMP+-Dokumente neu strukturiert werden.

In diesem Abschnitt werden einige Alternativverfahren für die die betriebsinterne Messung der Verschleppung mit Hilfe eines Kobaltmarkierungsstoffes beschrieben. Diese betreffen eine Vereinfachung der in Abschnitt 2.2 beschriebenen Referenzmethoden.

Einerseits betrifft es ein Verfahren, in dem die Anzahl zu nehmender und zu analysierender Proben bis auf ein Maß reduziert werden kann, das für eine zuverlässige Messung der Verschleppung erforderlich ist. Das beschränkt vor allem die Kosten für die Analyse. Selbstverständlich steht es jedem Betrieb, frei mehr Proben zu entnehmen und zu analysieren, um so mehr Einsicht in die Verfahrensgenauigkeit der Anlage zu bekommen.

Andererseits betrifft es zwei Verfahren, in denen der Kobaltgehalt um einen Faktor von 2 bzw. 4 verringert wird. Das beschränkt die Probleme bei der verantwortungsbewussten Verarbeitung der Futtermittelcharge, der Kobalt beigegeben worden ist. Es beschränkt allerdings auch die Sensibilität der Methode. Sehr niedrige bis relativ niedrige Verschleppungsniveaus (<3 % bzw. <5 %) sind hiermit nicht gut zu messen.

Für die betriebsinterne Messung der Verschleppung mit einem verringerten Kobaltgehalt darf sowohl die Referenzmethode im Sinne von Abschnitt 2.2 als auch das oben genannte Verfahren mit einer reduzierten Anzahl an Proben angewendet werden.

Für die sowohl in Abschnitt 2.3.1 als in Abschnitt 2.3.1 genannten Prüfverfahren darf anstatt der zu Ziffer 17 in Abschnitt 2.2. definierten Kobaltmischung auch eine Mischung auf Basis von Kobaltsulfat verwendet werden. Die Mischung auf der Grundlage von Kobaltsulfat muss gemäß der Standardvorschrift in Abschnitt 2.3.4 zubereitet werden.

2.3.1 Anpassung der Referenzmethode mit Kobalt für die betriebsinterne Messung einer Verschleppungsrate von 1 % und mehr bei der Mischfuttermittelzubereitung (reduzierte Anzahl an Proben)

Sowohl mit der Referenzmethode (siehe Abschnitt 2.2) als mit diesem angepassten Verfahren kann eine Verschleppungsrate von 1 % oder mehr bei der Zubereitung von Mischfuttermitteln gemessen werden. Essenziell ist hier der Gehalt von mindestens 5 % Kobalt in der anzuwendenden Kobaltmischung und dem sich daraus ergebenden Gehalt von mindestens 100 ppm in der Futtermittelmischung, zu welcher die Kobaltmischung beigegeben wird.

In dieser Beschreibung wird angegeben wo und in welcher Hinsicht die Referenzmethode (Abschnitt 2.2) für die betriebsinterne Messung der Verschleppung angepasst werden kann und darf. Der Einfachheit halber wird hierbei die Nummerierung in Abschnitt 2.2 übernommen. Nicht aufgeführte Teile der Referenzmethode bleiben im Prinzip unverändert oder mit nur kleinen auf der Hand liegenden Anpassungen der Anwendung.

1. ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode ist ausschließlich für die betriebsinterne Messung der Verschleppung bestimmt.

2. GERÄTE UND HILFSMITTEL

Es sind mindestens 46 Kunststoffbehältnisse von 50 ml mit Deckel oder Probensäcke aus Plastik von 1 Liter erforderlich.

3. ENTNAHME UND BEHANDLUNG VON PROBEN

3.1 Entnahme von Proben

Bei der Entnahme von Proben kann folgendes Schema angewandt werden, wobei ein Teil der Entnahmen und/oder der weiteren Behandlung freiwillig ist, wenn man mehr Einsicht zu erhalten wünscht.

- a. Nach der ersten Charge (ohne Zugabe von Kobalt):
 1. mindestens 4 Proben am gewählten Kontrollpunkt für die Verschleppung, vorzugsweise nach dem Kühler zur Ermittlung des natürlichen Kobaltgehaltes im Futtermittel (KAC1 – KAC4)
 2. mindestens 4 Proben am selben Kontrollpunkt zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes (VAC1 – VAC4).
- b. Nach der zweiten Charge (mit beigegebener Kobaltmischung):
 1. mindestens 10 Proben, möglichst kurz nach dem Mischer und regelmäßig verteilt über die Auslaufzeit einer Charge, zur Ermittlung des durchschnittlichen Kobaltgehaltes (KBM1 – KBM10) eventuell (das ist freiwillig) 20 Proben entnehmen (siehe 7.2.3)
 2. mindestens 4 Proben am selben Punkt zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes (VBM1 – VBM4)
 3. eventuell (das ist freiwillig) 10 Proben am/an genannten Kontrollpunkt(en) zur Verschleppung zur Ermittlung des durchschnittlichen Kobaltgehaltes (KBC1 – KBC10).
- c. Nach der dritten Charge (Verschleppungscharge):
 1. eventuell (das ist freiwillig) 10 Proben möglichst kurz nach dem Mischer, regelmäßig verteilt über die Auslaufzeit einer Charge (KCM1 – KCM10)
 2. 20 Proben am/an genannten Kontrollpunkt(en) für Verschleppung, regelmäßig verteilt über die gesamte Laufzeit der Charge entlang dieses Punktes, zur Ermittlung des Ausmaßes an Verschleppung (KCC1 – KCC20)
 3. mindestens 4 Proben am selben Punkt zur Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes (VBM1 – VBM4).

3.2 Probenbehandlung und -bestimmung

Die technische Probenbehandlung (Mahlen, Reihenfolge usw.) bleibt wie beschrieben in Ziffer 7.1.2 zu Abschnitt 2.2. Was die Bestimmung der Proben betrifft, gilt Folgendes:

- a. Alle Feuchtigkeitsanalysen haben die Funktion, dass die Ergebnisse der Kobaltanalysen für Unterschiede beim Feuchtigkeitsgehalt korrigiert oder auf den Trockenstoff zurückgerechnet werden können.
- b. Die Proben KAC1 – KAC4 werden individuell zweifach analysiert. Das ist - insbesondere für die dritte Charge - von großer Bedeutung, da man die Kobaltgehalte in den Chargen zwei und drei um den „natürlichen“ Kobaltgehalt im Futtermittel korrigieren muss.

- c. Die Proben KBM1 – KBM10 können zwei Zwecken dienen. Man kann auf Wunsch jede Probe in eine a- und eine b-Probe teilen oder wenn man 20 anstatt 10 Proben entnommen hat (siehe 7.1.2), diese abwechselnd oder jede getrennt für den einen oder den anderen Zweck gebrauchen.
- d. Eventuell (das ist freiwillig) kann man jetzt die eine Hälfte der Proben benutzen, um die Einheitlichkeit der Mischung festzustellen. Hierfür müssen die 10 (oder 20) Proben jeweils getrennt zweifach analysiert werden.
- e. Von der anderen Hälfte der 10 oder 20 Proben kann eine Mischung hergestellt werden, eventuell nach weiterer Zerkleinerung des Erzeugnisses, mit deren Hilfe der durchschnittliche Kobaltgehalt der zweiten Charge festgestellt wird. Hierzu werden aus der Mischung mindestens zwei neue Proben entnommen, in denen der Kobalt- und der Feuchtigkeitsgehalt zweifach analysiert wird. Selbstverständlich darf der durchschnittliche Kobaltgehalt der Charge zwei auch dadurch bestimmt werden, dass man die individuellen Zweifach-Ergebnisse der 10 oder 20 Proben errechnet.
- f. Anhand der Proben KBC1-KBC10 kann man eventuell (das ist freiwillig) einen Eindruck bekommen, inwieweit die direkt nach dem Mischen erreichte Einheitlichkeit (KBM1 – KBM10) im weiteren Herstellungs- und Transportprozess bis zum Kontrollpunkt der Verschleppung aufrechterhalten bleibt. Diese Proben müssen dann jeweils getrennt zweifach analysiert werden.
- g. Anhand der Proben KCM1 – KCM10 kann man eventuell (das ist freiwillig) feststellen, inwieweit auf der Strecke bis zum Probenentnahmepunkt direkt nach dem Mischer bereits eine Verschleppung auftritt. Für die Analyse kann man sich dann zur Analyse einer Mischprobe (zweifache Analyse von zwei Proben für die durchschnittliche Verschleppung) oder aller zehn Proben einzeln in zweifacher Ausfertigung (Verschleppungsmuster und Berechnung des Durchschnitts) entscheiden.
- h. Die Proben KCC1 – KCC20 dürfen mit zwei Proben gemischt werden, also KCC1 +2, KCC3 +4 usw., wonach in jeder der 10 neu entstandenen Proben in zweifacher Ausfertigung der Kobaltgehalt bestimmt wird. Davon ausgehend, dass jede der ursprünglichen Proben für einen entsprechenden Teil der Charge repräsentativ ist, kann die durchschnittliche Verschleppung direkt berechnet werden. Wenn bekannt ist, dass dies nicht so ist, zum Beispiel durch unregelmäßige Zeitintervalle zwischen Proben, muss der bewertete Durchschnitt, bezogen auf die wirklichen Zeitintervalle, berechnet werden.
- i. Man kann sich aber auch dafür entscheiden jede einzelne der Proben KCC1 – KCC20 zweifach zu analysieren und danach den Durchschnitt auf die oben beschriebene Weise zu berechnen.

4. BEARBEITUNG DER ERGEBNISSE

4.1 Varianzanalyse

Bei dieser vereinfachten Durchführung eignen sich die Ergebnisse nur eingeschränkt für eine statistische Analyse.

Insoweit Messserien mit zweifach durchgeführter Analyse vorliegen, wird empfohlen pro Messserie durch eine Varianzanalyse auf jeden Fall den Variationskoeffizienten zwischen den Wiederholungen zu berechnen.

Insoweit Messserien vorliegen, bei denen die Ergebnisse im Idealfall denselben Wert haben müssen (Einheitlichkeit), muss eine Varianzanalyse durchgeführt werden, mit der sowohl die Variationskoeffizienten zwischen den Proben als zwischen den Wiederholungen berechnet werden.

Dies gilt insbesondere für die Probenserie KAC1, KAC4 und eventuell für KBM1 – KBM10, KBC1 – KBC10 und KCM1 – KCM10, insoweit man diesen Serien Proben entnimmt, diese individuell analysiert und am Maß der Einheitlichkeit interessiert ist.

4.2 Berechnung der Verschleppung

Sämtliche Kobaltgehalte werden zuvor mit Hilfe der Durchschnittsergebnisse der damit korrespondierenden Feuchtigkeitsbestimmungen im Trockenstoff korrigiert. Die Verschleppung in der Anlage wird nun auf Basis der korrigierten Werte wie folgt berechnet:

Der durchschnittliche Kobaltgehalt in den 20 Proben KCC aus der dritten Charge minus dem durchschnittlichen Kobaltgehalt der 4 Proben KAC aus der ersten Charge, geteilt durch den durchschnittlichen Kobaltgehalt der 10 Proben KBM aus der zweiten Charge und auch minus des durchschnittlichen Kobaltgehaltes der 4 Proben KAC aus der ersten Charge. Durch Multiplikation des Ergebnisses mit 100 wird die Durchschnittverschleppungsrate in der Charge, direkt folgend auf die Charge, in der die Kobaltmischung als Modell für eine Vormischung mit Zusatzstoff hinzugefügt wurde, berechnet.

Indem die Ergebnisse der Kobaltanalyse in den Proben KCC1 – KCC20 (korrigiert mit dem Durchschnitt von KAC1 – KAC4) grafisch festgehalten werden, erhält man ein Verschleppungsmuster, das im Prinzip mehr Information bietet als der berechnete Durchschnitt.

4.2.1 Anpassung der Messmethoden mit Kobalt für die betriebsinterne Messung der Verschleppung von 3 % und mehr bei der Mischfuttermittelzubereitung

Für die betriebsinterne Messung der Verschleppung von 3 % und mehr kann sowohl das Prüfverfahren im Sinne von Abschnitt 2.2 als auch das unter Abschnitt 2.3.1 beschriebene angepasste Verfahren verwendet werden. Hierbei wird ein Kobaltgehalt in der Kobaltmischung gemäß Ziffer 2 zu Abschnitt 2.2 von mindestens 2,5% angewandt. Hiermit wird in der zweiten Futtermittelcharge des Prüfverfahrens ein Gehalt von ungefähr 50 mg/kg verwirklicht.

4.2.2 Anpassung der Messmethoden mit Kobalt für die betriebsinterne Messung der Verschleppung von 5 % und mehr bei der Mischfuttermittelbehandlung

Für die betriebsinterne Messung der Verschleppung von 5 % und mehr kann sowohl das Prüfverfahren im Sinne von Abschnitt 2.2 als auch das oben unter Abschnitt 2.3.1 beschriebene angepasste Verfahren verwendet werden. Hierbei wird ein Kobaltgehalt in der Kobaltnischung gemäß Ziffer 2 zu Abschnitt 2.2 von mindestens 1,25 % angewandt. Hiermit wird in der zweiten Futtermittelcharge des Prüfverfahrens ein Gehalt von ungefähr 25 mg/kg verwirklicht.

Literatur

1. Beumer, H; Nieman, W. Toetsingsprocedure procesnauwkeurigheid met behulp van kobalt. (Prüfverfahren Prozessgenauigkeit mit Hilfe von Kobalt.) Consequenties van een lager kobaltniveau. (Konsequenzen eines niedrigen Kobalt-Niveaus.) (Konsequenzen eines niedrigen Kobalt-Niveaus.) CKD werkgroep Toetsingsprocedure procesnauwkeurigheid mei 1992, ref. 630.95/0168/Bm-Hb. (CKD Arbeitsgruppe für Prüfverfahren für die Prozessgenauigkeit Mai 1992, Ref. 630.95/0168/Bm-Hb.)

4.2.3 Standardvorschrift für die Zubereitung einer Kobaltsulfatmischung für die betriebsinterne Messung der Verschleppung

Einleitung

Die Kobaltnischung zur Durchführung des Prüfverfahrens wird aus Weizengrieß, Weizennachmehl und Kobaltsulfat durch trockene Mischung bereitet. Dadurch wird erreicht, dass das Kobalt gut in der Kobaltnischung verteilt wird und die Eigenschaften der Kobaltnischung sich wenig vom Mischfuttermittel unterscheiden.

Zutaten:

- a. Weizengrieß und Weizennachmehl, gut definierte Qualität, als Trägerstoffe
- b. Kobaltsulfatheptanhydrat, Reinheit: mindestens 98 %.

Geräte

Mischanlage, die sich für trockene Erzeugnisse eignet, z. B. Planetenmischer. Als Hilfsmittel sind ferner u.a. geeignete Waagen zum Abwiegen der Zutaten erforderlich.

Sicherheitsmaßnahmen

Bei der Arbeit mit Kobalt müssen Mund- und Nasenschutz verwendet und geeignete Handschuhe getragen werden.

Zubereitung der Kobaltnischung

Die benötigten Mengen Kobaltsulfatheptanhydrat, Weizengrieß und Weizennachmehl werden abgewogen.

Die abgewogenen Mengen werden in einem Planetenmischer während 15 Minuten gemischt. Danach wird die Mischung in Eimern zu 2,0 kg abgefüllt und mit einem Deckel gut abgeschlossen.

Auf der Verpackung wird angegeben:

- a. Name und Code des Erzeugnisses (Kobaltnischung)
- b. Abfüllgewicht in kg
- c. Herstellungsdatum
- d. die nominale Kobaltkonzentration
- e. die Folgenummer der Verpackung aus der Charge
- f. Sicherheitsmaßnahmen.

Die verschlossenen Eimer müssen unter klimatisierten Verhältnissen gelagert werden.

Verpackung erst kurz vor Verwendung öffnen.

Die Kobaltnischung muss den folgenden Anforderungen entsprechen:

- a. Teilchengröße: höchstens 1 % > 0,7 mm; höchstens 10 % > 0,5 mm
- b. Kobaltgehalt: mindestens 4,5 %.

Probenentnahme und Berichterstattung

Während des Verpackens der Kobaltnischung werden aus jeder homogenisierten Partie 4 Proben genommen. Davon sind eine zur Feuchtigkeitsbestimmung, eine zur Bestimmung der Verteilung der Teilchengrößen und eine zur Bestimmung des Kobaltgehalts vorgesehen, wobei mindestens eine Reserveprobe aufbewahrt wird.

Von der derart zubereiteten Kobaltnischung wird in einem Bericht mindestens Folgendes erfasst:

- a. Herkunft und Charakterisierung des Weizengrießes
- b. Herkunft und Charakterisierung des Weizennachmehls
- c. Herkunft des Kobaltsulfatheptahydrats
- d. die verwendeten Mengen Trägersubstanz und Kobaltsalz
- e. der Feuchtigkeitsgehalt der Mischung nach dem Homogenisieren
- f. der berechnete Kobaltgehalt der Kobaltnischung
- g. der analysierte Kobaltgehalt der Kobaltnischung
- h. die Verteilung der Teilchengröße der Kobaltnischung.

5.5 Prüfverfahren für die Verschleppung bei der Mischfuttermittelzubereitung mit Hilfe einer Mangan- und eine Eiweißreichen bzw. Eiweißarmen Mischung

1. ANWENDUNGSBEREICH

Das Prüfverfahren wurde zur Ermittlung der Verschleppungsrate, die in Mischfuttermittelproduktionsbetrieben auftritt, entworfen. Sowohl die Verschleppung der großen Komponenten ab der Dosieranlage für Ausgangserzeugnisse als auch die Verschleppung von Bestandteilen, die über Vormischungen beigegeben werden, werden einzeln festgestellt.

Indem die Proben, die für die Verschleppungsuntersuchung erforderlich sind, an unterschiedlichen Stellen im Produktionsprozess entnommen werden, kann man einen Einblick in die Verschleppung in den einzelnen Abschnitten des Produktionsprozesses (beispielsweise: Mahl- u. Mischlinie bis Pressmehlbunker oder Press- u. Kühllinie) erhalten. Die Methode ist auch zur Ermittlung der Tatsache geeignet, inwieweit sich mit der Anlage einheitliche Mischung produzieren lassen (siehe Ziffer 9).

2. DEFINITIONEN

Verschleppung

Unter Verschleppung wird verstanden, dass ein Teil einer vorhergehenden Futtermittelcharge im Herstellungs- und Transportsystem zurückbleibt und in die nächste Charge gerät.

Verschleppungsniveau

Die Verschleppungsrate definiert sich als die Menge eines Nährstoffes oder Bestandteiles aus einer vorhergehenden Charge, in Prozent, die in die nächste Futtermittelcharge (derselben Größe) gerät. Das Verschleppungsrate kann für einen Teil der Anlage (beispielsweise bis zum Pressmehlbunker) oder für die gesamte Anlage gemessen werden.

3. PRINZIP DES PRÜFVERFAHRENS

Das Prüfverfahren wird durchgeführt, indem zunächst eine eiweiß- und manganreiche Sojамischung und sofort anschließend auf derselben Produktionslinie eine eiweiß- und manganarme hergestellt wird. Die Zunahme des Eiweiß- und Mangangehaltes der Maismischung während des Durchlaufs in der Produktionslinie wird durch die Verschleppung verursacht. Indem diese Zunahme auf den Eiweiß- und Mangangehalt der Sojамischung bezogen wird, kann das Verschleppungsniveau berechnet werden.

Da der Eiweiß- und Mangangehalt der Maismischung hyperbolisch verläuft (von hohen Gehalten am Anfang des Stroms zu niedrigen Gehalten danach), muss dem Probenentnahmeverfahren besondere Aufmerksamkeit gewidmet werden.

4. GERÄTE UND HILFSMITTEL

Zur Durchführung des Prüfverfahrens sind nötig:

- a. eine Menge an Manganoxyd, die 0,4 % der üblichen Chargengröße entspricht
- b. (eventuell) eine Schaufel zur Probenentnahme
- c. zwei Eimer zur Entnahme einiger Unterproben

- d. Probenbehältnisse oder -beutel, die mindestens 200 Gramm Material aufnehmen können. Wenn die Verschleppungsuntersuchung an zwei Stellen in der Produktionslinie durchgeführt wird, reichen 20 Probenbehältnisse in der Regel aus (letztendlich werden nur 14 Proben untersucht).

5. BENÖTIGTE UNTERNEHMENSANGABEN

Vom Unternehmen, in dem das Prüfverfahren durchgeführt wird, haben folgende Angaben bekannt zu sein:

- a. das Blockschema der Produktionsanlage
- b. die Art und Weise, wie die Soja- und Maismischung zusammengestellt wird. Insbesondere muss exakt angegeben werden, wie und wo das Manganoxyd beigegeben wird und wie das (eventuelle) Transportsystem des Manganoxyds zum Mischer gespült wurde, und zwar sowohl für die Soja- als auch für die Maismischung.

6. DURCHFÜHRUNG DES PRÜFVERFAHRENS

6.1.a Herstellung der eiweißreichen und manganreichen Sojamischung

Die Sojamischung (mit der üblichen Chargengröße) besteht aus 92 % Sojaschrot, 4 % Fett, 3 % Rohrzuckermelasse, 0,4 % Manganoxyd und 0,8 % Dicalciumphosphat (oder Kreide oder Salz). Diese Mischung wird auf die übliche Art und Weise dosiert, gemahlen, gemischt und pelletiert. Melasse und Fett werden hinzugefügt, um ein Mehl mit normalen physischen Eigenschaften, das sich gut pelletieren lässt, zu erhalten. Das Sojaschrot darf aus mehreren Dosiersilos stammen.

Das Manganoxyd ersetzt die reguläre Vormischung und hat dieselbe Strecke wie die Vormischung zu durchlaufen. Das Manganoxyd wird demnach in die Vormischungswaage oder in den Zugabeeinlauf gegeben.

Die Dosierung hat so zu erfolgen, dass das Manganoxyd nahezu gänzlich unten in die Vormischungswaage oder den Zugabeeinlauf gerät.

Das Manganoxyd hat den folgenden Anforderungen zu entsprechen:

- a. Mn-Gehalt: mindestens 50 %
- b. Teilchengröße: 100 % hat kleiner als 0,2 mm zu sein.

Normalerweise wird über diese Waage oder den Zugabeeinlauf auch Kreide, Salz und/oder Futterphosphat dosiert. Dadurch wird sich die Verschleppung von Bestandteilen aus der Vormischung verringern, vor allem, wenn erst die Vormischung und erst anschließend die anderen Erzeugnisse dosiert werden.

Für das Prüfverfahren werden deshalb erst 0,4% Manganoxyd und danach 0,8% Kreide, Futterphosphat oder Salz dosiert.

Nachdem der Inhalt der Vormischungswaage (oder des Zugabeeinlaufs) zur Sojamischung im Mischer gegeben wurde, wird gemischt (für die übliche Dauer). Anschließend wird die Mischung in einen leeren Pressmehlbunker überführt und pelletiert (Proben entnehmen).

Die Mahl- u. Mischlinie und Press- u. Kühllinie dürfen nach der Herstellung der Sojamischung für nichts anderes als die Maismischung verwendet werden.

6.1.b Probenentnahme aus der Sojamischung

Beim Entladen der Sojapellets in das Fertigproduktsilo wird vom letzten Teil der Charge eine ordentliche Mischprobe genommen.

6.2.a Herstellung der eiweißarmen und manganarmen Maismischung

Die Maismischung (mit derselben Chargengröße wie die Sojамischung) besteht aus 92 % Mais, 4 % Fett, 3 % Rohrzuckermelasse und 0,8 % Dicalciumphosphat (oder Kreide oder Salz). Wenn es nicht möglich ist, 92 % Mais zu dosieren, darf auch eine Mais-Weizen-Mischung oder eine andere eiweißarme Mischung zusammengestellt werden (Probe entnehmen).

Das Transportsystem zwischen der Vormischungswaage (oder dem Zugabeeinlauf) und dem Mischer wird mit 0,8 % Dicalciumphosphat (oder Kreide oder Salz) gespült.

Nachdem das Futterphosphat der Mischung hinzugefügt wurde, beginnt die Mischzeit. Die Mischung wird anschließend in einen (leeren) Pressmehlbunker (Proben entnehmen) überführt und pelletiert (Proben entnehmen).

6.2.b Probenentnahme aus der Maismischung

Folgende Proben werden aus der Maismischung entnommen:

- a. der Mais (und eventuell Weizen), der für die Zusammensetzung der Mischung verwendet wurde
- b. sechs Proben der Maismischung beim Einlauf in den Pressmehlbunker
- c. sechs Proben der Maismischung beim Einlauf des Fertigproduktsilos.

Für die Proben zu Ziffer II und III ist das Probenentnahmeverfahren wichtig. Insbesondere im ersten Teil des Mehls oder der Pellets aus der Charge werden höhere Gehalte an Eiweiß und Mangan angetroffen werden, die sich danach relativ schnell auf ein niedrigeres und konstanteres Niveau senken. Deshalb ist es wichtig im ersten Teil des Mehl- oder Pelletstroms intensiv Proben zu nehmen und zu wissen, auf welchen Teil des Futtermittels sich diese Proben beziehen.

Das Probenentnahmeverfahren beim Einlauf in den Pressmehlbunker (was meistens 3 bis 5 Minuten dauert) ist wie folgt:

- a. Während der ersten 30 Sekunden werden möglichst viele Unterproben in einem Eimer gesammelt. Davon wird eine Mischprobe entnommen.
- b. Während der zweiten 30 Sekunden: ebenso.
- c. Anschließend wird alle 30 Sekunden eine Stichprobe aus dem Strom entnommen, bis der Mehlstrom versiegt.

Die Gesamtlaufzeit des Mehlstroms wird notiert und es werden 6 Proben aufbewahrt, und zwar die drei, die zuerst genommen wurden, und drei der übrigen Proben.

Die Entnahme von Pelletproben beim Einlauf des Fertigproduktsilos erfolgt auf dieselbe Weise. Da die Gesamtlaufzeit meistens etwas länger ist, wird das Verfahren wie folgt:

- a. Während der ersten 30 Sekunden werden möglichst viele Unterproben in einem Eimer gesammelt. Davon wird eine Mischprobe entnommen.
- b. Während der zweiten Minute: ebenso.
- c. Anschließend wird jede Minute eine Stichprobe aus dem Strom entnommen, bis der Pelletstrom versiegt.
- d. (Wenn der Pelletstrom nicht kontinuierlich durchläuft, muss die „tatsächliche“ Laufzeit angewandt werden.)

Auch hier die Gesamtlaufzeit notieren und sechs Proben aufbewahren, und zwar die drei, die zuerst genommen wurden, und drei aus den übrigen Proben.

6.3 Verarbeitung der Sojameschung im Mischfuttermittel

Die Sojameschung hat bei niedrigen Verschleppungsraten einen Mangangehalt von ca. 2.000 mg/kg. Bei der Verarbeitung dieser Sojameschung im Mischfuttermittel muss darauf geachtet werden, dass der Mangangehalt im Mischfuttermittel max. 250 mg/kg sein darf.

7. ANALYSIEREN DER PROBEN

Insgesamt wurden 14 Proben (oder eventuell 15) entnommen:

1 Probe Sojapelllets (+Mn)	= A
1 Probe Mais (rein) (+ evt. Weizen)	= B
6 Proben Maismischungsmehl (Pressmehlbunker)	= C (1 bis 6)
6 Proben Maismischungsmehl (Fertigproduktsilo)	= D (1 bis 6)

Alle Proben werden auf RE (Eiweiß) und Mn (Mangan) analysiert.

Die Hälfte der Proben Maismischungsmehl und Maismischungspelllets wird auf Feuchtigkeit analysiert. Dies geschieht, um zu prüfen, ob sich während dem Pelletieren der Feuchtigkeitsgehalt geändert hat. Wenn sich der Feuchtigkeitsgehalt durch das Pelletieren deutlich verändert hat, müssen RE- und Mn-Gehalt der Maismischungspelllets dem Feuchtigkeitsgehalt Maismischungsmehl angepasst werden.

8. BERECHNUNG DER VERSCHLEPPUNGSRATEN

Aus den Gehalten an RE und Mn der entnommen Proben werden die Verschleppungsraten berechnet. Angenommen, es wurden folgende Gehalte gemessen:

Sojapelllets:	420 g RE und	2.006 mg Mn/kg
Reiner Mais:	420 g RE und	4 mg Mn/kg
6 Proben Maismischung (Pressmehlbunker oben)		

1. Mischprobe (0,5 Min.)	160 Gramm RE	und	400 mg Mn/kg
2. Mischprobe (0,5 Min.)	100 Gramm RE	und	60 mg Mn/kg
3. Stichprobe	90 Gramm	und	27 mg
4. Stichprobe	85 Gramm RE (durchschn. 88)		und 30 mg (durchschn. 28)
5. Stichprobe	88 Gramm	und	28 mg
6. Stichprobe	89 Gramm	und	27 mg

Die Gesamtlauzeit des Mehlstroms im Pressmehlbunker = 5,5 Min.

Erwartete Gehalte der Maismischung (92 % Mais und 3 % Melasse mit 40 g RE und 25 mg Mn/kg):

RE	=	0,92*	86 + 0,03*	40 =	80,3	g/kg
Mn	=	0,92*	4 + 0,03*	25 =	4,4	mg/kg

Die Durchschnittsgehalte an RE und Mn in der Maismischung werden wie folgt berechnet:

RE	=	0,5/5,5*	160 + 0,5/5,5*	100 + 4,5/5,5*	88	=	95,6 g/kg
Mn	=	0,5/5,5*	400 + 0,5/5,5*	60 + 4,5/5,5*	28	=	64,7 mg/kg

(Die Proben 1 und 2 haben bei einer Gesamtlauzeit von 5,5 Minuten jeweils eine Laufzeit von 0,5 Minuten.

Für die Proben 3 bis 6 wird der Durchschnittsgehalt berechnet: Die Laufzeit beträgt hier 5,5 – 2 x 0,5 = 4,5 Minuten).

Die Verschleppungsrate (Vs- %) wird nun wie folgt berechnet:

$$Vs- \% = \frac{\text{Durchschn.-Gehalt in Maismischung} - \text{erwarteter Gehalt in Maismischung}}{100} \times \frac{\text{Durchschn.-Gehalt in Sojapellets} - \text{erwarteter Gehalt in Maismischung}}{\text{erwarteter Gehalt in Maismischung}}$$

Die Verschleppungsraten belaufen sich dann (bis zum Pressmehlbunker) auf:

$$\text{für RE} = \frac{95,6 - 80,3}{420 - 80,3} \times \frac{1.530}{339,7} \times 100 = 4,5\%$$

$$\text{und für Mn} = \frac{64,7 - 4,4}{2.006 - 4,4} \times \frac{6.030}{2.001,6} \times 100 = 3\%$$

Die Verschleppungsraten beim Einlauf der Fertigproduktzelle werden auf dieselbe Weise berechnet.

Die Verschleppungsrate des RE bezieht sich auf das Futtermittel als solches, und zwar ab der Dosieranlage.

Die Verschleppungsrate für Mn gibt eine Indikation für die Verschleppung von Bestandteilen aus Vormischungen.

9. MESSUNG DER EINHEITLICHKEIT

Um festzustellen, inwieweit mit der Anlage einheitliche Mischungen hergestellt werden, müssen aus der manganreichen Sojamischung mindestens 10 Proben entnommen und auf Mangan analysiert werden. Die Verteilung des Mn-Gehaltes dieser Proben (Standardabweichung oder der Unterschied zwischen dem höchsten und dem niedrigsten Wert) ist ein Maß für die Einheitlichkeit.

Bei der Entnahme von Proben aus der Sojamischung muss darauf geachtet werden, dass aus dem gesamten Strom der Mischung Proben entnommen werden. Da meistens nicht bekannt ist, wie lange der Mehlstrom dauern wird, ist es wünschenswert, zunächst eine großzügige Anzahl an Proben zu entnehmen, von der nur ein Teil (und zwar 10) untersucht wird.

Die Einheitlichkeitsuntersuchung kann an vielen Stellen in der Anlage durchgeführt werden. Wenn die Proben direkt nach dem Mischer entnommen werden, erhält man ein gutes Bild über die Funktion des Mixers.

Werden die Proben hingegen an anderen Stellen der Anlage (jedoch nach dem Mischer) entnommen, wird die Einheitlichkeit im Allgemeinen geringer sein als direkt nach dem Mischer.

Dies rührt daher, dass in diesem Fall Faktoren wie Entmischung und Verschleppung auch eine Rolle spielen. Da die manganreiche Sojamischung immer nach einem „normalen“ Mischfuttermittel mit einem viel niedrigeren Mangangehalt produziert werden wird, werden die ersten Proben der Sojamischung mit einer bestimmten Menge Mischfuttermittel verunreinigt sein und deshalb weniger Mangan enthalten. Die nächsten Proben werden stets weniger mit dem normalen Mischfuttermittel verunreinigt sein und demnach auch einen stets höheren Mangangehalt haben.

10. FEHLERQUOTE

In Tabelle 1 ist angegeben, welche Mn- und Eiweißgehalte in der Maismischung bei unterschiedlichen Verschleppungsraten, und zwar ausgehend von 80 g RE und 5 mg Mn/kg Maismischungen (rein) und 400 mg RE und 1800 mg Mn/kg Sojaimischung, zu erwarten sind.

Tabelle 1 Effekt der Verschleppungsrate auf Mn und Eiweißgehalt der Maismischung						
Verschleppungsrate	0	1	3	5	10	15
Mn aus Basis*	5	5	5	5	5	5
Aus Soja	0	18	54	92	180	270
	5	23	59	95	185	275
* Effekt von Verdünnung verwahrlost						
RE aus Basis	80	79,2	77,6	76	72	68
aus Soja	0	4	12	20	40	60
	80	83,2	89,6	96	112	128

Auf Basis der Analysegenauigkeit der Mn- und RE-Bestimmung kann eine Schätzung der Genauigkeit, mit welcher die Verschleppungsrate festzustellen ist, gemacht werden.

Für die 6 zu untersuchenden Maisproben wurde vorausgesetzt, dass der durchschnittlich gemessene Mn-Gehalt in 95 % der Fälle zwischen 95 und 105 % des tatsächlichen Gehaltes liegen wird. Für Gehalte <60 mg/kg ist der absolute Intervall gleich zu dem Intervall bei 60 mg/kg, also ca. 3 mg/kg.

Für die Sojaimischung wurde vorausgesetzt, dass der bei der Analyse gemessene Mn-Gehalt höchstens 100 mg/kg vom tatsächlichen Gehalt abweicht. Für das Eiweiß wurde vorausgesetzt, dass der durchschnittlich gemessene Gehalt in den 5 Maisproben in 95 % aller Fälle zwischen 99 und 101 % des tatsächlichen Gehaltes liegt und dass der gemessene Gehalt in der Sojaimischung höchstens 2 % vom tatsächlichen Gehalt abweicht.

In Tabelle 2 werden die Ergebnisse der durchgeführten Berechnungen wiedergegeben.

Es kann gefolgert werden, dass niedrige Verschleppungsraten noch einigermaßen zuverlässig festzustellen sind. Bei niedrigen Verschleppungsniveaus scheint Mn zu genaueren Ergebnissen zu führen als RE. Bei hohen Verschleppungsniveaus dagegen ist die Messgenauigkeit mit Eiweiß höher als bei Mn.

Tabelle 2: Effekt der Analysegenauigkeit auf die Ermittlung der Verschleppungsrate				
		Maismischung		
Verschleppungsni- veau		Berechnet	Analyse-Intervall	Verschleppungs- rate*
Mn	0	5 mg / kg	2 - 8 mg/kg	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
*Auf Basis von 1800 mg Mn/kg Sojамischung (Varianz 1700-1900, bei niedrigem Mn-Gehalt in Mais wird gerechnet mit hohem Mn-Gehalt in Soja und umgekehrt).				
		Berechnet	Analyse-Intervall	Verschleppungs- rate*
RE	0	80 g/kg	79,2 - 80,8 g/kg	- 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
*Auf Basis von 400 g RE/kg Sojамischung (Varianz von 392 - 408), bei niedrigem RE-Gehalt in Mais wird gerechnet mit hohem RE-Gehalt in Soja und umgekehrt).				

5.6 Prüfverfahren zur Messung von Verschleppung in Vormischungs- und Zusatzstoffanlagen

1. SYSTEMATIK

Die Art und Weise der Messung von Verschleppung in Vormischungs- und Zusatzstoffanlagen entspricht hinsichtlich der Systematik den Abschnitten 2.2 bis 2.4.

2. VERSCHLEPPUNGSSTRECKE

- Die zu messende Strecke der Verschleppung betrifft den Punkt der Zugabe von Zusatzstoffen und/oder Tierarzneimitteln bis zur Füllung des Schüttgutwagens oder der Füllung des Sackguts.
- Die Messung der Verschleppung ist an jeder Produktionslinie in der Anlage vorzunehmen.
- Die Messung muss mit einer Mischungsmenge durchgeführt werden, die der kleinsten Charge entspricht, die in der Praxis noch auf der betreffenden Produktionslinie produziert werden darf.

3. EINZUSETZENDER MARKIERUNGSSTOFF

Zur Messung der Verschleppung können folgende Markierungsstoffe verwendet werden:

Kobaltmischungen gemäß Abschnitt 2.2 oder 2.3.4 mit einer Kobaltkonzentration von mindestens 200 mg/kg. Bei Kobaltkonzentrationen von 2000 mg/kg oder mehr darf auch reines Kobaltsulfat eingesetzt werden. Darüber hinaus ist der Einsatz der Microtracer FSS-Lake und F-Lake und von Methylviolett in der Dosierung von 10 mg/kg zulässig. Im Übrigen ist den Angaben in Abschnitt 2.3.4 zu entsprechen.

4. ERMITTLUNG DER VERSCHLEPPUNGSRATE

Die Messung der Verschleppung erfolgt, indem die Mischung, in der die Verschleppung auftritt, im Ganzen begutachtet wird. Das bedeutet, dass der Durchschnittsgehalt in dieser Mischung Ausgangspunkt zur Ermittlung der Verschleppung ist. Die Verschleppung wird dann wie folgt gemessen:

- Die gesamte Mischung erneut mischen.
- Aus dieser Mischung 5 Proben (V1 bis V6) entnehmen und analysieren. Der Durchschnittsgehalt wird daraus berechnet.
- Die Verschleppungsrate wird wie folgt berechnet:

(Durchschnittsmenge in der Mischung, in der die Verschleppung erfolgt.)
 -----x 100 %
 (Dosierung in vorhergehender Mischung, aus der verschleppt wird.)

5.7 Prüfverfahren für die Prozessgenauigkeit von Mischfuttermitteln mit Microtracern

1. Geltungsbereich

Dieses Verfahren kann in der Futtermittelherstellungsindustrie eingesetzt werden, um die Homogenität von Vormischungen und Mischfuttermitteln oder sonstigen Teilchenmischungen zu ermitteln. Mit der richtigen Vorbehandlung ist auch eine Anwendung für eine breite Palette von Matrizen, wie pelletisierte oder extrudierte Futtermittel, möglich.

Dieses Verfahren kann auch eingesetzt werden, um die Verschleppung in nachfolgende Chargen zu ermitteln.

2. Definitionen

Microtracer-Teilchen:	Sehr feine elementare Eisenteilchen, die mit einem ungiftigen Lebensmittelfarbstoff (z.B. Microtracer®-Lake-Teilchen) überzogen sind. Die Farbe ist in Futtermitteln nicht sichtbar und wird bei der Analyse behandelt, um die Farbe zu entwickeln.
F-Teilchen:	Microtracer-Teilchen mit durchschnittlich 25.000 Teilchen pro Gramm.
FS-Teilchen:	Microtracer-Teilchen mit durchschnittlich 50.000 Teilchen pro Gramm.
FSS-Teilchen:	Microtracer-Teilchen mit durchschnittlich 600.000 Teilchen pro Gramm.
Microtracer-Vormischung:	Präparat aus Microtracer-Teilchen und Kalkstein auf anderen geeigneten Trägerstoffen. Wird eingesetzt, um die Microtracer in der Futtermittelherstellungslinie auf dieselbe Weise anzuwenden, wobei Mikrozutaten der Testcharge in der Produktionseinrichtung hinzugefügt werden. Jede Microtracer-Vormischung wird vom Hersteller mit einem Analysezertifikat versehen.
Rotationsdetektor:	Rotierendes, dauermagnetisches Gerät, mit dem kleine magnetische Teilchen quantitativ getrennt werden können.

3. Prinzip

Zwei aufeinander folgende Chargen müssen auf Homogenität und Verschleppung getestet werden. Microtracer werden nur zum ersten Batch hinzugefügt. Wie die anderen Mikrozutaten werden sie zur Futtermittelherstellungslinie hinzugefügt. Die übliche Futtermittelzusammensetzung und der Herstellungsprozess brauchen für den Test nicht angepasst zu werden. Es muss dafür gesorgt werden, dass keine zusätzlichen Microtracer (zum Beispiel zu Marketingzwecken) in der hinzugefügten Vormischung vorhanden sind. Um die Homogenität zu ermitteln, werden die Proben direkt nach dem Mixer und von jedem Endfuttermitteltyp (z.B. Mehl und/oder Pellets) am Ende der Produktionslinie genommen. Um die Verschleppung zu messen, werden Proben von jeder zweiten Futtermittelcharge genommen, zu der keine Microtracer hinzugefügt wurden. Die Proben werden auf Microtracer-Gehalt analysiert, indem die magnetischen Teilchen mit einem rotierenden, dauermagnetischen Gerät, dem Rotationsdetektor, getrennt werden. Um zwischen Microtracern und anderen magnetischen Teilchen unterscheiden zu können, wird die Farbe der Microtracer-Teilchen mittels Chromatographie sichtbar gemacht, damit sie gezählt werden können.

Die Anzahl der Microtracer-Teilchen ist unmittelbar entscheidend für die Qualität des Mischverfahrens und den Umfang der Verschleppung. Beide Chargen können als Futtermittel verwendet werden, da Microtracer-Teilchen ungiftig sind und das Futtermittel nicht verfärben.

Weitere Erläuterung: Auch starke Magneten müssen nicht unbedingt zu Testzwecken ausgeschaltet werden, da sie die prozentuale Wiederfindung reduzieren, aber keinen Einfluss auf die Verteilung der Microtracer haben.

4. Unternehmensdaten erforderlich

Folgende Informationen werden vorab abgefragt:

- ein Blockschema der Produktionsanlage, um anzugeben, wo die Microtracer-Vormischung hinzugefügt wird und wo die Proben genommen werden
- voraussichtliche Chargengröße
- der richtige Trägerstoff für die Zubereitung der Microtracer-Vormischung.

Folgende Informationen werden bei der Probenahme abgefragt:

- Computerausdrucke oder Kopien mit folgenden Angaben:
 - die Zusammensetzung der Futtermittelmischung
 - die vom Computer vorgegebene Chargengröße
 - die tatsächliche Chargengröße laut Chargenprotokoll
- oder, wenn kein Computer vorhanden ist:
 - der Name oder die Artikelnummer der Futtermittelmischung
 - die berechnete Chargengröße (errechnet durch Hinzufügung des Gewichts aller Komponenten)
 - Auslesen der tatsächlichen Chargengröße.

Folgende Informationen werden benötigt, um die Chargengröße für den Mixer und die Chargengröße des Enderzeugnisses berechnen zu können.

- Gewicht und Zugabestelle flüssiger Zutaten (Molasse, Vinasse usw.)
- Gewicht und Zugabestelle von Fetten usw.
- die Zugabestellen müssen im Blockschema erfasst werden.

5. Planung des Tests

Für die Probenahme muss der Test bis ins Detail geplant werden. Zu kleineren Chargengrößen (unter 100 Kilo) kann der reine Microtracer FSS hinzugefügt werden. Zu größeren Chargengrößen wird Microtracer als Vormischung hinzugefügt. Die Konzentration und der Umfang der Microtracer-Vormischung müssen festgelegt werden, um später bei der Analyse 100-200 Teilchen pro Probe auf einem Filterpapier zählen zu können. Für die Zubereitung der Vormischung sind folgende Berechnungen notwendig:

5.1 Homogenität (Charge 1)

Dosierung der Microtracer-Teilchen:

Benötigte Informationen:

- zu kontrollierende Genauigkeit (z.B. 1:100.000)
- Größe der Microtracer-Vormischung [g]
- Chargengröße der Testmischung [g]
- Anzahl der Microtracer-Teilchen pro Gramm (des Analysezettifikats)

Berechnungen:

a. Gewicht des hinzuzufügenden reinen Microtracers:

Chargengröße × Genauigkeit = Gewicht des Microtracers, [g] der in Microtracer-Vormischung aufgenommen wird. Die komplette Microtracer-

Vormischung wird zur ersten Charge hinzugefügt (eine geringe Menge wird zur Analyse bei der Zubereitung der Vormischung zurückbehalten).

- b. Die Gesamtanzahl der hinzugefügten Microtracer-Teilchen wird berechnet:
Gewicht des Microtracers [g] × Anzahl der Microtracer-Teilchen pro Gramm = Anzahl der hinzugefügten Microtracer-Teilchen
- c. Theoretische Konzentration der Microtracer-Teilchen im Futtermittel der ersten Charge:
Anzahl der hinzugefügten Teilchen / Chargengröße = Anzahl der Microtracer-Teilchen pro Gramm Futtermittel

Beispiel:

- Zu kontrollierende Genauigkeit: 1: 100.000
- Gewicht der hinzugefügten Microtracer-Vormischung: 4000 g
- Chargengröße der Testmischung 1000 kg = 1.000.000 g
- Microtracer FSS hat ungefähr 600.000 Teilchen pro Gramm

Berechnungen:

- a. Hinzuzufügendes Microtracer-Gewicht: $1.000.000 \text{ g} \times 1:100.000 = 10 \text{ g}$. Eine Microtracer-Vormischung wird mit 10 g Microtracer FSS und 3990 g Kalkstein (oder einem anderen geeigneten Trägerstoff zubereitet).
- b. Gesamtanzahl der Teilchen: $10 \times 600.000 = 6.000.000$ Teilchen. Die gesamte Microtracer-Vormischung wird zur ersten 1000-kg-Testcharge in der Futtermittelherstellung hinzugefügt.
- c. Theoretische Konzentration in der ersten Charge: $6.000.000 / 1.000.000 \text{ g} = 6$ Teilchen pro Gramm Futtermittel.

Probengröße für Microtracer-Analyse:

Die Probengröße für jede Microtracer-Analyse wurde auf 100-200 Teilchen pro Filterpapier eingestellt.

Beispiel:

Im gezeigten Beispiel sollten Proben à 20 Gramm $20 \text{ g} \times 6$ Teilchen pro g = 120 Teilchen enthalten, die einfach auf einem Filterpapier gezählt werden können.

Probenahme an der Produktionslinie:

Um die Homogenität zu ermitteln, werden Proben von Charge 1 direkt nach dem Mixer genommen oder, wenn das technisch nicht möglich ist, direkt vom Mixer und von jedem Endfuttermitteltyp am Ende der Produktionslinie. An jedem Probenahmepunkt müssen etwa 20 Proben (z.B. nach dem Mixer HM1 - HM1 + HM20 und vom Enderzeugnis HF1 - HF20) genommen werden, die so gut wie möglich über die Dauer der Charge verteilt sind.

Die Probengröße muss groß genug sein, um jede Probe mindestens dreimal analysieren zu können. In der Regel reicht eine Probe von 100 Gramm aus.

5.2 Verschleppung (Charge 2)

Keine Hinzufügung von Microtracer-Teilchen:

Um die Verschleppung zu überprüfen, werden zur zweiten Folgecharge keine Microtracer-Teilchen hinzugefügt. Diese Charge muss denselben Weg durch die Produktionslinie zurücklegen (z.B. dieselben Silos, dasselbe Transportband) wie Charge 1 (Homogenität). Die Verschleppungsrate der Microtracer-Teilchen der ersten Charge wird gemessen.

Probengröße für Microtracer-Analyse:

In der Regel sind sehr geringe Anzahlen an Microtracer-Teilchen zu erwarten. Ungefähr 400 bis 1000 Gramm jeder Probe werden analysiert. Da die größte Verschleppung in den ersten drei Proben erwartet wird, wird ungefähr die Hälfte des Probengewichts für Proben C1 bis C3 analysiert (vgl. Abschnitt 9).

Probenahme an der Produktionslinie:

Ungefähr 20 Proben (C1 - C20), die gleichmäßig über die gesamte Durchlaufzeit verteilt waren, wurden von jedem Endfüttermitteltyp am Ende der Produktionslinie genommen. Es wird erwartet, dass die Verschleppung in den ersten Proben höher und gegen Ende sehr gering ist. In der Regel reicht eine Probenmenge von 400-1000 Gramm aus.

5.3 Zusätzliche Probenahmepunkte

Wenn zusätzliche Probenahmepunkte vorgegeben werden, dann muss die Probenname in Übereinstimmung mit dem Ziel der Messung und den in Abschnitt 5.1 und 5.2 festgelegten Grundsätzen geplant werden.

Tracer und Konzentration	Probengröße für Homogenität (von Charge 1)	Probengröße für Verschleppung (von Charge 2)
FSS 10 ppm	ungefähr 100 g	ca. 400-1000 g
FS 100 ppm	ungefähr 100 g	ca. 400-1000 g
F 100 ppm	ungefähr 100 g	ca. 400-1000 g

6. Geräte und Hilfsmittel

Um bei der Produktionseinrichtung Proben zu nehmen, wird Folgendes benötigt:

- zur Überprüfung der Homogenität: ungefähr 40 kleine Probenbeutel (200 ml) mit Probencode
- zur Überprüfung der Verschleppung: ungefähr 20 große Plastikbeutel (2000 ml) mit Probencode
- für jeden weiteren Probenahmepunkt: ungefähr 20 Plastikbeutel (Volumen abhängig von der voraussichtlichen Microtracer-Konzentration) mit Probencode
- geeignetes Hilfsmittel zur Probenahme (zum Beispiel kleine und große Schaufel, um die Proben in die Beutel zu verbringen)

Zur Analyse des Microtracer-Gehalts:

- vgl. Abschnitt 9

7. Probenahme an der Produktionslinie

Die Microtracer-Vormischung wird in der in Abschnitt 5 geplanten Konzentration erhalten und auf dieselbe Weise zum Mixer hinzugefügt, wie auch Mikrozutaten während des Herstellungsprozesses hinzugefügt werden (z.B. separate Mikrodosierung, direkt in den Mixer oder *Handtipping* in den Mixer). Proben werden planungsgemäß genommen (vgl. Abschnitt 5) und nahezu luftdicht in Probebeuteln gelagert. Die Probenahme muss in einem Probenahmeprotokoll festgehalten werden, das folgende Angaben enthält:

- Datum der Probenahme
- Name der Person, die die Probenahme vornimmt
- Probendetails (vgl. Abschnitt 5)
- Anzahl der Proben

- Stelle, an der die Proben genommen werden
- Probencodes
- alle anderen relevanten Informationen

Proben werden trocken bei Raumtemperatur gelagert (wenn es keine speziellen Anforderungen gibt) und zu gegebener Zeit ans Labor weitergeleitet.

8. Vorbereitung von Proben

Wenn die genommenen Proben nicht in Mehlform vorliegen (z.B. pelletisierte oder extrudierte Futtermittel), dann müssen die Proben in einer geeigneten Mühle gemahlen werden (z.B. Retsch-Mühle mit 1-mm-Sieb).

Die Proben müssen in der Reihenfolge des zunehmenden, voraussichtlichen Microtracer-Inhalts oder beginnend mit den letzten Proben von Charge 2 gemahlen werden. Bei Charge 2 ist die Reihenfolge beim Mahlen nicht entscheidend, da alle Proben dieselbe Menge an Microtracer-Teilchen enthalten müssen.

Reinigen Sie die Mühle nach jeder Probe gründlich: Verwenden Sie Druckluft, entfernen Sie relevante Teile, reinigen Sie sie mit einer Bürste oder einem Handfeger und/oder verwenden Sie einen Staubsauger. Eine Verschleppung von Materialien vorheriger Proben ist nicht zulässig.

9. Feststellung von Microtracer-Teilchen

Geräte:

Rotationsdetektor

Entmagnetisierer

Handschuhe

Bleistift und Papier

Geeigneter Behälter und Esslöffel zum Wiegen

Waage

Kleines Filterpapier, Durchmesser: 70 mm

Großes Filterpapier, Durchmesser: 180 mm oder größer, zum Beispiel DIN A4

Ventilatorbürste

Behälter für Entwicklerflüssigkeit

Geeignetes absorptionsfähiges Papier

Pinzette

Heizplatte

Chemikalien:

Entwicklungsflüssigkeit: 7%ige Natriumcarbonat-Lösung.

Analysereihenfolge:

Im Labor werden die Proben auf die Reihenfolge der voraussichtlichen ansteigenden Anzahl an Microtracer-Teilchen analysiert, zum Beispiel von C20 zu C1 und von H1 zu H20 (hier ist die Reihenfolge irrelevant).

Probengröße für Analyse:

1. Verschleppung:

Für die Verschleppungsanalyse muss die zu analysierende Probengröße ungefähr 400 bis 1000 Gramm betragen. Je geringer die voraussichtliche Verschleppungsrate, desto größer muss die Probengröße sein.

Beispiel: Bei einer voraussichtlichen Verschleppungsrate unter 1 Prozent müssen ungefähr 800 bis 1000 Gramm an Proben analysiert werden.

Um das richtige Probengewicht zu finden, werden 500 Gramm einer Probe aus der Mitte des Futtermittelstroms analysiert (zum Beispiel Probe C10). Zählen Sie die Teilchen und passen Sie das Gewicht an, damit, sofern möglich, mindestens 30 Teilchen gezählt werden können. Bei Bedarf wird das Probengewicht bei den ersten Proben mit der höchsten voraussichtlichen Verschleppung reduziert (eventuell um die Hälfte bzw. 250 Gramm), da die Anzahl der Teilchen nicht mehr als 200 Teilchen pro Filter betragen darf. Bei Anlagen, bei denen die voraussichtliche Verschleppung sehr gering ist, darf die Anzahl der Teilchen pro Probe unter 30 liegen.

2. Homogenität:

Die Probenmenge wird in Abschnitt 4 geschätzt. Um zu kontrollieren, ob das Probengewicht stimmt, werden 20 Gramm einer Probe aus der Mitte des Probenstroms analysiert (zum Beispiel Probe H10). Zählen Sie die Teilchen und passen Sie das Gewicht an, damit, sofern 100-200 Teilchen pro Filter gezählt werden können. Analysieren Sie das ungefähre Gewicht aller Proben aus der Homogenitätscharge. Wiegen Sie nicht dieses Gewicht, sondern wiegen Sie durchschnittlich zwei Esslöffel und notieren Sie das exakte Gewicht.

Ausführung der Analyse:

- Bei der Analyse müssen Handschuhe verwendet werden.
- Legen Sie ein kleines Filterpapier auf den Magneten im Rotationsdetektor und ersetzen Sie den Aufsatzschacht.
- Wiegen Sie die zu testende Probe. Notieren Sie das Gewicht.
- Schalten Sie den Rotationsdetektor ein (normale Stellung, siehe Anleitung Rotationsdetektor).
- Verbringen Sie die Probe mit einer sauberen Bürste vollständig in den Rotationsdetektor.
- Entfernen Sie den Aufsatzschacht des Rotationsdetektors (Autostopp: Der rotierende Magnet hält automatisch an).
- Schalten Sie den Rotationsdetektor ein und wählen Sie den „Bürstenmodus“ (der Rotationsdetektor läuft 5 Sekunden stoppt dann automatisch). In diesen 5 Sekunden werden das kleine Filterpapier und der Rand der Befestigung mithilfe einer Bürste von leichten Futtermittelresten (vor allem kleinen Staubkörnern) befreit.
- Tauchen Sie das große Filterpapier ganz in die Entwicklerflüssigkeit ein, legen Sie das Filterpapier auf eine saubere, glatte Arbeitsfläche und entfernen Sie überflüssige Entwicklerflüssigkeit mit Papier.
- Entfernen Sie die Befestigung des Magneten und entfernen Sie das kleine Filterpapier vorsichtig senkrecht vom drehenden Magneten, ohne dass Microtracer-Teilchen verloren gehen.

- Entmagnetisieren Sie die Microtracer-Teilchen auf dem kleinen Filterpapier: Halten Sie das kleine Filterpapier in einem Abstand von ungefähr 1 cm über den Entmagnetisierer, schalten Sie mit der anderen Hand den Entmagnetisierer ein, bewegen Sie das kleine Filterpapier senkrecht nach oben, ohne den Entmagnetisierer auszuschalten. Schalten Sie den Entmagnetisierer anschließend aus.
- Heben Sie das kleine Filterpapier an, bis es sich horizontal über dem großen Filterpapier befindet.
- Streuen Sie die Microtracer-Teilchen des kleinen Filterpapiers auf das große Filterpapier, sodass alle Teilchen voneinander getrennt sind: Berühren Sie die Microtracer-Teilchen auf dem kleinen Filterpapier mit einem Finger und bewegen Sie das kleine Filterpapier langsam über dem großen Filterpapier, um die Teilchen mit diesem Finger über das große Filterpapier zu verteilen. Drehen Sie das kleine Filterpapier um und tippen Sie auf die Rückseite des kleinen Filterpapiers, um alle Teilchen vom Filter zu entfernen. Tippen Sie einmal mit dem Finger auf den Rand des großen Filterpapiers, um Teilchen zu entfernen, die am Finger hängen geblieben sind.
- Legen Sie das große Filterpapier nach ungefähr 10 Sekunden auf die Heizplatte. Die Farbentwicklung der Microtracer-Teilchen wird durch die Hitze gestoppt.
- Nehmen Sie das große Filterpapier mit einer Pinzette von der Heizplatte, sobald es trocken ist.
- Beschriften Sie das große Filterpapier mit einem Bleistift.

Hinweis: Nehmen Sie nach jeder Probe eine trockene Reinigung des Arbeitsplatzes vor.

10. Evaluierung

Jedes Microtracer-Teilchen entwickelt sich zu einem farbigen Punkt auf dem großen Filterpapier. Die Anzahl der farbigen Punkte entspricht der Anzahl der Teilchen. Die Punkte werden mit dem bloßen Auge oder mit einem geeigneten computerunterstützten System gezählt (zum Beispiel TraCo Image Assessment and Evaluation System).

Um korrekte Ergebnisse zu erhalten, erfolgt die statistische Bewertung gemäß der Poisson-Verteilung.

1. Bewertung der Homogenität

Folgende statistische Angaben sind relevant:

- Anzahl der analysierten Proben ($= n$)
- Durchschnittliche Anzahl der Microtracer-Teilchen in Charge 1 ($= X_m$)
- Anzahl der Microtracer-Teilchen in verschiedenen Proben, nach Probengröße korrigiert 20 Gramm ($= X_n$)
- Freiheitsgradanzahl des Systems ($= n - 1$)
- Aus der Summe der Quadrate der Differenz zwischen der Anzahl der Microtracer-Teilchen in verschiedenen Proben (X_n) und der durchschnittlichen Anzahl der Microtracer-Teilchen in Charge 1 (X_m) ergibt sich S.
$$S = \sum (X_n - X_m)^2$$
- Chi-Quadrat-Wert ($= S/X_m$)

- Die Wahrscheinlichkeit p in % kann aus den Chi-Quadrat-Werten und der Freiheitsgradanzahl berechnet werden, zum Beispiel in Excel mit der CHIVERT-Funktion.
 $p \text{ in } \% = \text{CHIVERT}(\text{Chi-Quadrat-Wert}; \text{Freiheitsgradanzahl}) \times 100$
- Microtracer-Ausbeute in %
 $\text{Ausbeute in } \% = X_m \times 100 / \text{Anzahl der hinzugefügten Microtracer-Teilchen zu Charge 1}$

Mit der Wahrscheinlichkeit p in % wird die Beurteilung der Homogenität wie folgt ermittelt:

- wenn $p \geq 25 \%$, kann geschlussfolgert werden, dass die Mischung hervorragend ist. Je näher der P-Wert bei 100 % liegt, desto besser ist die Mischung.
- wenn $5 \% \leq p < 25 \%$ kann geschlussfolgert werden, dass die Mischung gut ist.
- wenn $1 \% \leq p < 5 \%$, ist keine statistische Schlussfolgerung möglich. Es wird empfohlen, den Test zu wiederholen.
- wenn $p < 1 \%$, kann geschlussfolgert werden, dass die Mischung nicht homogen ist.

Die Microtracer-Ausbeute muss $100 \% \pm 15 \%$ betragen. Grund für eine geringe Ausbeute ist in der Regel ein Problem in der Produktionsanlage, zum Beispiel wenn nicht die ganze Microtracer-Vormischung in den Mixer gelangt ist oder wenn starke externe Magneten eine geringe Microtracer-Menge entfernen (das hat keinen Einfluss auf das Testergebnis).

Beispiel 1: Homogene Mischung

Probennummer	Korrigierte Anzahl gezählter Teilchen X_n	Differenz $X_n - X_m$	Quadrat der Differenz $(X_n - X_m)^2$
1	100	-13	169
2	100	-13	169
3	124	11	121
4	123	10	100
5	104	-9	81
6	121	8	64
7	119	6	36
8	103	-10	100
9	117	4	16
10	115	2	4
	Durchschnittlich $X_m = 113$		Summe $S = 860$

Anzahl der Proben: $n = 10$
 Freiheitsgradanzahl: $n - 1 = 9$
 Chi-Quadrat-Wert $\text{Chi-Quadrat-Wert} = 860 / 113 = 7,6$
 $p \text{ in } \%: p \text{ in } \% = \text{CHIVERT}(7,6;9) \times 100 = 56$

Ergebnis: Die berechnete Wahrscheinlichkeit (56 %) liegt über 25 %. Die Mischung ist hervorragend.

Beispiel 2: Uneinheitliche Mischung:

Probennummer	Korrigierte Anzahl gezählter Teilchen X_n	Differenz $X_n - X_m$	Quadrat der Differenz $(X_n - X_m)^2$
1	97	-51	2601
2	153	5	25
3	114	-34	1156
4	184	36	1296
5	58	-90	8100
6	155	7	49
7	115	-33	1089
8	181	33	1089
9	255	107	11449
10	164	16	256
	Durchschnitt $X_m = 148$		Summe S = 27110

Anzahl der Proben: $n = 10$
 Freiheitsgradanzahl : $n - 1 = 9$
 Chi-Quadrat-Wert $\chi^2 = 27110 / 148 = 183$
 p in %: $p \text{ in \%} = \text{CHIVERT}(183;9) \times 100 = 0$

Ergebnis: Die berechnete Wahrscheinlichkeit (0 %) liegt unter 1 %. Die Mischung ist nicht homogen.

Anmerkungen zur Bewertung der Daten:

Erste Proben aus Charge 1:

Die Microtracer-Werte der ersten Proben aus Charge 1 können je nach Probenahmepunkt unter den Werten der darauf folgenden Proben liegen. Dieser Effekt wird als „negative Verschleppung“ bezeichnet, da eine hohe Wahrscheinlichkeit besteht, dass diese ersten Proben mit dem Erzeugnis aus der vorherigen Charge vermischt werden, zu der kein Microtracer hinzugefügt wurde.

Verfahren für erheblich abweichende einfache Werte:

Wenn der Teilchenwert einer Probe (X_i) mehr als 20 Prozent vom Durchschnitt aller analysierten Proben (X_m) abweicht, dann muss die Analyse dieser Probe zweimal wiederholt werden. Es können drei verschiedene Situationen entstehen:

- Alle drei analysierten Teilchenwerte liegen nahe beieinander (Differenz unter 20 Prozent); in diesem Fall wird die erste Analyse der drei Teilchenwerte ausgewählt, um die Einheitlichkeit zu berechnen.
- Zwei analysierte Teilchenwerte liegen nahe beieinander (Differenz unter 20 Prozent); der dritte analysierte Teilchenwert weicht um mehr als 20 Prozent ab. Die erste Analyse der zwei nahe beieinander liegenden Teilchenwerte wird zur Berechnung der Einheitlichkeit ausgewählt.
- Alle drei analysierten Teilchenwerte weichen um mehr als 20 Prozent voneinander ab. Das bedeutet, dass die Probe nicht homogen ist. Die Proben vor und nach dieser spezifischen Probe müssen analysiert werden.

Zum Beispiel: Probe 5 ist nicht homogen, Probe 4 und Probe 6 müssen analysiert werden. Wenn Probe 4 und Probe 6 mit der Bewertung der Homogenität übereinstimmen, dann wird Probe 5 entfernt.

2. Bewertung der Verschleppung

Folgende statistische Angaben sind relevant:

- Durchschnittliches Probengewicht in Charge 2 ($= w_m$)
- Für jede Probe: durchschnittliche Anzahl der Microtracer-Teilchen für w_m in Charge 2
- Die voraussichtliche Anzahl der Microtracer-Teilchen für w_m in Charge 1 (d.h. 100 % Verschleppung)
- Für jede Probe: Verschleppungsrate in %
- Durchschnittliche Verschleppungsrate in %

11. **Berichterstattung**

Folgendes muss im Bericht enthalten sein:

- Unternehmensspezifische Informationen (Teil 4)
- Angaben zur Probenahme (Teil 7)
- sofern zutreffend, Informationen zur Zubereitung der Proben (Teil 8)

Für jede Probengruppe:

- Die gemessenen und korrigierte Microtracer-Teilchenwerte
- Die zutreffenden statistischen Angaben zu Homogenität und Verschleppung

12. **Literatur**

1. S. Artelt, A. Mertens: Microtracers versus traditional tracers
Comparison of the suitability for measurement of mixing conformity and carry-over in feed production plants
FeedMagazine/Kraftfutter 1-2/2018, pp 29-33
2. Anonymus: Microtracers – reliable checks on homogeneity and carry-over
FeedMagazine/Kraftfutter 3/2009, pp 29-30
3. P. Platteschor: Garantiert sichere Produkte
Verschleppung und Homogenität sind wichtige Aspekte für Tierfutterbetriebe
De Molenaar 11/2014
4. C. Makkink: Microtracer: Verlässliche Kontrolle der Homogenität und Verschleppung
De Molenaar 21/2006

5.8 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern mittels Wiegen

Hinweis: Diese Methode wird nicht mehr verwendet. Aus diesem Grund wird dieser Teil entfernt, sobald alle GMP+-Dokumente neu strukturiert werden.

1. ANWENDUNGSBEREICH

Siehe 5.7 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern

2. DEFINITIONEN

Produktionsanlage: Unter einer Produktionsanlage wird eine Anlage verstanden, die sich zur Zubereitung von Mischfutter eignet.

Microtracer-Mischungen: Zur Überprüfung eines Mischfutters muss die Microtracer-Mischung 4 kg Futterkalk oder Weizengrieß und 500 g Microtracer enthalten. Es werden also 500 g Microtracer mit 1 Tonne Mischfutter gemischt, was einer Mischgenauigkeit von 1:2000 entspricht.

3. PRINZIP

Als Messstoff wird der sogenannte RF-Microtracer (elementare Eisenteilchen) verwendet. Der Durchschnittsanteil Teilchen beträgt 1.000.000 pro Gramm. Bei den Microtracer-Teilchen geht es tatsächlich um eine Teilchenverteilung; die durchschnittliche Anzahl der Teilchen variiert je nach Microtracer-Charge. Um die jeweilige Anzahl der Teilchen bei der Prüfung festzustellen, wird eine Microtracer-Mischung hergestellt, bei der die durchschnittliche Teilchenanzahl des verwendeten Microtracers genau bestimmt wird.

Die Zahl der Microtracer-Teilchen in den gezogenen Proben wird bestimmt, indem die Microtracer-Teilchen von den übrigen Futtermittelteilchen mit Hilfe eines Rotationsdetektors getrennt werden. Die Probe ist dafür zweimal über den Rotationsdetektor zu führen.

Wenn die Probe den Magnet passiert hat, wird mit einem Pinsel das Restprodukt von dem Filter entfernt. Dies hat genauestens und bei drehendem Magnet zu erfolgen.

Den Filter von dem Magnet entfernen und den Microtracer in eine tarierte Waagschale aus Kupfer geben und wiegen.

Hinweis 1: Zur Korrektur von „Fabrikeisen“ werden mindestens drei Blankoproben gemessen. Bei der letztendlichen Berechnung hat eine Korrektur hinsichtlich der Blankobestimmungen zu erfolgen.

Hinweis 2: Bei der Beigabe der Microtracer-Mischung ist 500 g pro t beizugeben. Die Probenmenge hat 300-500 g zu betragen.

4. GERÄTE UND HILFSMITTEL

Siehe 5.7 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern

5. BENÖTIGTE UNTERNEHMENSANGABEN

Siehe 5.7 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern

6. ZUGABE DER MICROTRACER-MISCHUNG

Siehe 5.7 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern

7. ENTNAHME UND BEHANDLUNG VON PROBEN

Siehe 5.7 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern

8. ERMITTLUNG DER ANZAHL DER MICROTRACER-TEILCHEN

Die Microtracer-Teilchen können aufgrund ihrer magnetischen Eigenschaften in einer Probe isoliert werden, indem sie zweimal mit Hilfe eines Rotationsdetektors mit einem rotierenden Magnet gefiltert werden. Auf diese Weise werden gleichzeitig auch andere magnetische Teilchen herausgefiltert.

Die Identifizierung der Microtracer-Teilchen erfolgt über ein Wiegeverfahren.

Hinweis 1: Zur Korrektur von „Fabrikeisen“ werden mindestens drei Blankoproben gemessen. Bei der letztendlichen Berechnung hat eine Korrektur hinsichtlich der Blankobestimmungen zu erfolgen.

Hinweis 2: Bei der Beigabe der Microtracer-Mischung ist 500 g pro t beizugeben. Die Probenmenge hat 300-500 g zu betragen.

9. BEARBEITUNG DER ERGEBNISSE

Siehe 5.7 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern

10. BERICHTERSTATTUNG

Siehe 5.7 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern

11. BEWERTUNG DER ERGEBNISSE

Siehe 5.7 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern

12. ANMERKUNGEN

Siehe 5.7 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern

13. SICHERHEIT

Siehe 5.7 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern

14. VERARBEITUNG MICROTRACER-HALTIGER MISCHFUTTERMITTEL

Siehe 5.7 „Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate mit Hilfe von Microtracern“

5.9 Prüfverfahren zur Messung der Verschleppungsrate bei der Futtermittelzubereitung mit Hilfe von Methylviolett

~~Dieser Text wird später hinzugefügt.~~

Hinweis: Diese Methode wird nicht mehr verwendet. Aus diesem Grund wird dieser Teil entfernt, sobald alle GMP+-Dokumente neu strukturiert werden.

6 METHODEN ZUR MESSUNG DER HOMOGENITÄT VON TROCKENMISCHUNGEN ²

6.1 Einführung

Der Teilnehmer mischt Einzelfuttermittel, Zusatzstoffe und Tierarzneimittel gemäß den Anforderungen aus GMP+ B1 *Herstellung, Handel und Dienstleistungen* einheitlich mit Futtermitteln. Die Messung der Homogenität von Mischungen entspricht den Protokollen, die in diesem Teil des Anhangs dargelegt werden.

6.2 Häufigkeit

An jeder Mischanlage muss ein Homogenitätstest durchgeführt werden. Dieser Test muss mindestens

- beim ersten Einsatz der Anlage
- bei jeder wesentlichen Änderung an der Anlage
- alle vier Jahre

durchgeführt werden.

6.3 Messen der Homogenität

6.3.1 Allgemeines

Die Messung der Homogenität wird statistisch mit Hilfe direkter oder indirekter Methoden festgelegt.

6.3.2 Direkte Methoden

Direkte Methoden zur Messung der Homogenität basieren auf dem **Zählen von Teilchen**. Als Messsubstanz gelangen so genannte *Microtracer* (Markierungsstoffe) zum Einsatz. Zwei unterschiedliche Microtracer sind für die Homogenitätsanalyse geeignet: Microtracer F und Microtracer FSS. Der Einsatz dieser Methoden führt zu Analyseergebnissen, die als Poisson-Verteilungen analysiert werden. Die Homogenität wird als Wahrscheinlichkeit ausgedrückt (probability, p). Der Einsatz dieser Methoden muss in Übereinstimmung mit der Beschreibung der Methode im obigen Abschnitt 5 erfolgen.

² Trockenes Mischfutter oder trocken Vormischungen. Mischungen von flüssigem Tierfutter, Emulsionen, Suspensionen sind außerhalb des Anwendungsbereichs.

Erläuterung

Beispiel der Berechnung der Homogenität mit der direkten „Microtracer FSS“-Methode. Do-sierung von Microtracer FSS ist 10 g pro Tonne Testmischung.

Homogeneity Batch	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
χ^2 Chi-square =	13,02
Probability, %	91
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 Indirekte Methoden

Indirekte Methoden zur Messung der Homogenität basieren auf der Bestimmung einer Konzentration eines Stoffes (Microtracer RF Lake Blue, Kobalt oder Zusatzstoff). Indirekte Methoden sind:

- Methode mit dem Markierungsstoff Microtracer RF Lake Blue
- Methode mit Kobalt
- Methode mit Markierungsstoff, der aus einem Zusatzstoff besteht (Salinomycin)
- Methode mit einer Mischung aus Manganoxid und einer eiweißreichen und eiweißarmen Mischung

Die Anwendung dieser Methode führt zu Analyseergebnissen, die als normale Verteilungen analysiert werden. Die Homogenität wird durch den Variationskoeffizienten (CV) bestimmt. Der Einsatz der obigen indirekten Methoden muss in Übereinstimmung mit den Beschreibungen in Abschnitt 5 erfolgen.

6.4 Auslegung der Homogenitätsergebnisse

Je nach der angewandten Methode müssen die Ergebnisse auf der Grundlage der Vorgaben aus den nachstehenden Tabellen ausgelegt werden.

Die Bestimmung der Homogenität mittels direkter Methoden

Wahrscheinlichkeit p	Bewertung
$p \leq 1\%$	Unzureichend
$1\% < p < 5\%$	Wahrscheinlich wesentliche Abweichung. Es lässt sich keine eindeutige Aussage machen. Der Test muss wiederholt werden.
$p \geq 5\%$	Gute Homogenität

Die Bestimmung der Homogenität mittels indirekter Methoden

Variationskoeffizient CV	Bewertung
$CV \leq 8\%$	Gute Homogenität
$8\% < CV < 12\%$	Akzeptable Homogenität
$CV \geq 12\%$	Unzureichend

Sofern die Homogenität der Mischung als unzureichend bewertet wird, muss der Teilnehmer:

- die wahrscheinliche Ursache mitteilen
- Korrekturmaßnahmen durchführen
- einen neuen Homogenitätstest durchführen, um zu kontrollieren, ob die ergriffenen Maßnahmen zu einer guten Homogenität geführt haben.

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

Haftungsausschluss:

Dieser Veröffentlichung ist zur Informierung von Interessenten über die GMP+-Normen erstellt worden. Das Veröffentlichung wird regelmäßig aktualisiert. GMP+ International B.V. haftet für keinerlei etwaige Unvollkommenheiten in dieser Veröffentlichung.

© GMP+ International B.V.

Alle Rechte vorbehalten. Die Informationen aus dieser Veröffentlichung dürfen heruntergeladen, ausgedruckt und auf dem Bildschirm zu Rate gezogen werden, sofern dies für den eigenen, nichtkommerziellen Gebrauch erfolgt. Sämtliche Nutzungen anderer Art bedürfen der vorherigen schriftlichen Genehmigung der GMP+ International B.V.