



# Kontrola pozostałości

GMP+ BA 2

Wersja PL: 1 lipca 2018

**GMP+ Feed Certification scheme**



## Historia dokumentu

Przegląd nr. - Data zat- wierdzenia	Zmiany	Dotyczy	Data wdrożenia
0.0 / 06-2014	To nowy dokument. Powstał z dawnej Części B standardu GMP+ BA1 <i>Standardy dla Produktów</i> oraz Części B dokumentu GMP+ BA4 <i>Pobieranie Prób i Analizy</i> . Przy okazji uaktualniono szereg wymogów.	Cały dokument	01.01.2015,  Za wyjątkiem punktów 4.2.4 oraz 4.2.5, które muszą być wdrożone 01.10.2015
1.0 / 04-2017	Metody pomiaru jednorodności suchej mieszaniny dodano.  Poprawiono nieprawidłowe odwołania	6  5	01.07.2018
1.1 / 05-2018	Modyfikacja standardu dla dekokochinatu w związku ze zmianami w legislacji.	Rozdział 3	01.07.2018

### Uwagi redakcyjne:

Wszelkie zmiany w tej wersji dokumentu są widoczne. Można je rozpoznać dzięki oznaczeniu :

- Nowy tekst
- Stary tekst

Zmiany muszą zostać wdrożone przez uczestnika najpóźniej przed ostateczną datą obowiązywania.

## INDEKS

<b>1</b>	<b>WPROWADZENIE .....</b>	<b>4</b>
1.1	INFORMACJE OGÓLNE .....	4
1.2	STRUKTURA GMP+ FEED CERTIFICATION .....	4
1.3	ZAKRES .....	5
<b>2</b>	<b>INFORMACJE PODSTAWOWE .....</b>	<b>6</b>
<b>3</b>	<b>INFORMACJE PODSTAWOWE .....</b>	<b>8</b>
<b>4</b>	<b>LIMITY DLA POZOSTAŁOŚCI KRYTYCZNYCH.....</b>	<b>13</b>
4.1	INFORMACJE OGÓLNE / INSTALACJE .....	13
4.2	KONTROLOWANIE POZOSTAŁOŚCI POPRZEZ KOLEJNOŚĆ PRODUKCJI.....	14
4.2.1	<i>Informacje ogólne .....</i>	14
4.2.2	<i>Procent pozostałości poprodukcyjnych dla instalacji.....</i>	14
4.2.2.1	<i>Informacje ogólne.....</i>	14
4.2.3	<i>Współczynnik bezpieczeństwa .....</i>	15
4.2.4	<i>Zatwierdzanie i okresowa weryfikacja ('monitoring'). .....</i>	15
4.2.5	<i>Dodatkowe informacje o współczynniku bezpieczeństwa .....</i>	17
<b>5</b>	<b>METODY POMIARU POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH .....</b>	<b>19</b>
5.1	WPROWADZENIE .....	19
5.2	OGÓLNE PODSTAWOWE ZASADY ODNOŚNIE POMIARU POZOSTAŁOŚCI.....	20
5.3	PROCEDURA KONTROLI DOKŁADNOŚCI PROCESU Z UŻYCIEM KOBALTU (METODA REFERENCYJNA) .....	24
5.4	PROCEDURA POMIARU PRZENOSZENIA POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH PRZY PRODUKCJI MIESZANEK PASZOWYCH, Z WYKORZYSTANIEM MIESZANKI KOBALTOWEJ.....	35
5.5.	PROCEDURA USTALANIA POZIOMU POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH W PRODUKCJI MIESZANEK PASZOWYCH, PRZY UŻYCIU MIESZANKI MANGANU I MIESZANKI WYSOKOBIAŁKOWEJ ORAZ NISKOBIAŁKOWEJ .....	41
5.6	PROCEDURA POMIARU POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH W INSTALACJACH DLA PREMIKSÓW I DODATKÓW DO PASZ .....	47
5.7	PROCEDURA KONTROLI DOKŁADNOŚCI PROCESU PRODUKCJI MIESZANEK PASZOWYCH Z UŻYCIEM MIKROZNACZNIKÓW .....	48
5.8	PROCEDURA POMIARU POZIOMU POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH Z ZASTOSOWANIEM MIKROZNACZNIKÓW, METODĄ WAŻENIA. ....	58
5.9	PROCEDURA POMIARU POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH W PRODUKCJI PASZ PRZY UŻYCIU FIOLETU METYLOWEGO.....	60
<b>6</b>	<b>METODY POMIARU JEDNORODNOŚCI MIESZANEK SUCHYCH .....</b>	<b>61</b>

# 1 WPROWADZENIE

## 1.1 Informacje ogólne

System GMP+ Feed Certification scheme został zapoczątkowany i rozwinięty w 1992 roku przez holenderski przemysł paszowy w reakcji na różne, mniej lub bardziej poważne, przypadki skażenia materiałów paszowych. Pomimo, że zainicjowany jako system krajowy, rozwinął się on w międzynarodowy system, którym zarządza firma GMP+ International we współpracy z wieloma zainteresowanymi stronami z wielu krajów.

Chociaż system GMP+ Feed Certification scheme opracowano z perspektywy bezpieczeństwa pasz, w 2013 roku opublikowano pierwszy standard dotyczący zrównoważonego rozwoju i odpowiedzialności społecznej dla sektora pasz. W tym celu utworzono dwa moduły: GMP+ Feed Safety Assurance (koncentrujący się na bezpieczeństwie pasz) oraz GMP+ Feed Responsibility Assurance (zajmujący się sprawami zrównoważonego rozwoju i społecznej odpowiedzialności w odniesieniu do pasz).

GMP+ Feed Safety Assurance jest modułem kompletnym, zawierającym standardy zapewnienia bezpieczeństwa pasz we wszystkich ogniwach łańcucha paszowego. Wykazanie właściwego zapewnienia bezpieczeństwa pasz stanowi „licencję na sprzedaż” w wielu krajach i na wielu rynkach, a uczestnictwo w module GMP+ FSA może to znakomicie ułatwić. W oparciu o praktyczne potrzeby, w standardach GMP+ FSA uwzględniono szereg elementów, takich jak wymogi zarządzania systemem bezpieczeństwa pasz, zasady HACCP, śledzenie drogi produktu, programy wymogów wstępnych, kompleksowe ujęcie całego łańcucha paszowego oraz system wczesnego ostrzegania EWS (Early Warning System).

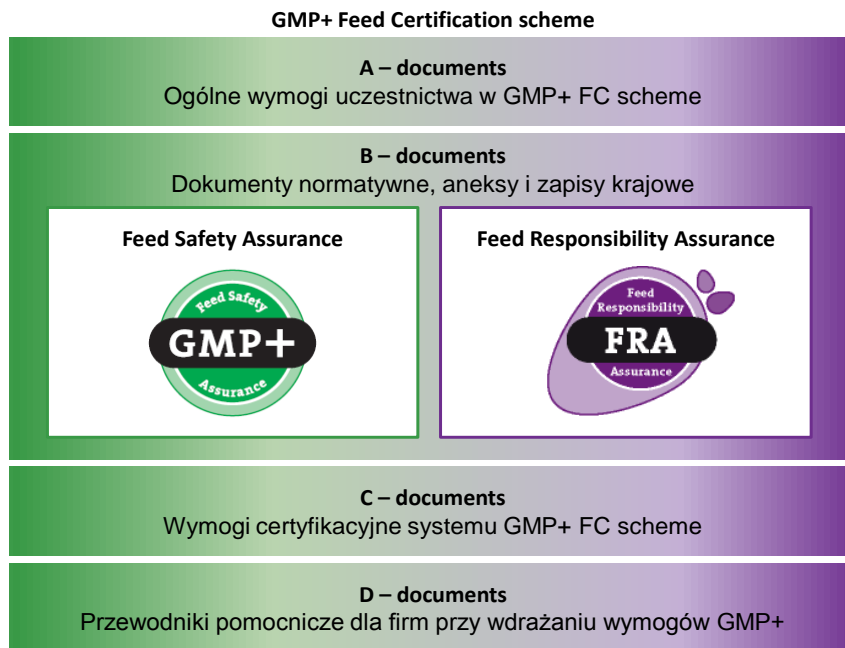
Rozwijając moduł GMP+ Feed Responsibility Assurance, firma GMP+ International odpowiada na potrzeby uczestników GMP+. Sektor pasz dla zwierząt stoi przed wyzwaniem działania w sposób bardziej odpowiedzialny społecznie. Dotyczy to, dla przykładu, pozyskiwania soi i mączki rybnej od producentów i handlowców prowadzących działalność z uwzględnieniem potrzeb ochrony ludzi, zwierząt i środowiska naturalnego. Aby wykazać działanie w sposób odpowiedzialny społecznie przy produkcji oraz handlu, firma może uzyskać certyfikację w ramach GMP+ Feed Responsibility Assurance. Dzięki niezależnemu systemowi certyfikacji GMP+ International dostosowuje się do zapotrzebowania rynku.

Wspólnie z partnerami GMP+, firma GMP+ International wypracowuje klarowne wymagania systemu Feed Certification scheme. Organizacje certyfikujące przeprowadzają certyfikację GMP+ w sposób niezależny.

GMP+ International wspiera uczestników systemu GMP+ dostarczając praktyczne i przydatne informacje w formie dokumentów o charakterze poradników, baz danych, biuletynów, list pytań i odpowiedzi oraz organizując seminaria.

## 1.2 Struktura GMP+ Feed Certification

Dokumenty systemu GMP+ Certification scheme są podzielone na kilka grup. Na następnej stronie znajduje się schemat przedstawiający zawartość GMP+ Feed Certification scheme:



Wszystkie dokumenty są dostępne na stronie internetowej GMP+ International ([www.gmpplus.org](http://www.gmpplus.org)).

Niniejszy dokument jest określony jako aneks GMP+ BA2 *Kontrola pozostałości* i stanowi część systemu GMP+ FSA scheme.

### 1.3 Zakres

W aneksie niniejszym znajdują się szczegółowe wymogi odnośnie kontroli pozostałości szeregu weterynaryjnych produktów leczniczych oraz dodatków do pasz.

- Rozdział 2 zawiera wymogi o charakterze ogólnym
- W rozdziale 3 zostały podane limity pozostałości weterynaryjnych produktów leczniczych oraz dodatków do pasz. Limity te nie mogą być przekroczone.

#### Wyjaśnienie

*Weterynaryjne produkty lecznicze i dodatki do pasz mają krytyczne znaczenie wtedy, gdy ich pozostałości mogą występować w mleku, mięsie lub jajach, lecz są niewskazane/niepożądane. Poziom tych pozostałości musi być sprawdzany i nie może przekraczać pewnych limitów.*

- W rozdziale 4 znajdują się dodatkowe wymogi odnośnie kontroli krytycznych weterynaryjnych produktów leczniczych i dodatków do pasz. Przedstawiono tam różne opcje.
- W rozdziale 5 aneksu zawarto szereg procedur pomiaru pozostałości poprodukcyjnych w instalacji do produkcji pasz. Przy określaniu procentu pozostałości dla instalacji, zakładu lub urzędzeń należy korzystać z jednej z tych procedur. Jednakże, jeśli przepisy krajowe wymagają stosowania specjalnych metod pomiaru pozostałości, metody takie są również akceptowalne.



## 2 Informacje podstawowe

1. Prawidłowe używanie dodatków do pasz i weterynaryjnych produktów leczniczych przy produkcji pasz (pełnoporcjowych) lub premiksów przyczynia się do bezpieczeństwa pasz. Standardy GMP+ zawierają zatem wymogi odnośnie kontroli użycia weterynaryjnych produktów leczniczych i dodatków do pasz, w tym kontroli ich pozostałości.  
Uczestnik musi zapewnić, że
  - a. prawidłowe dodatki do pasz i weterynaryjne produkty lecznicze są dozowane w odpowiedniej ilości i do właściwej paszy.
  - b. te dodatki do pasz i weterynaryjne produkty lecznicze (ich pozostałości) nie są obecne w żadnych innych paszach lub przynajmniej nie przekraczają maksymalnych dopuszczalnych poziomów (tak zwanych limitów) we wszystkich innych paszach.
2. Limity pozostałości znajdujące się w tym aneksie są oparte na przepisach prawa UE. Takie limity pozostałości zostały przyjęte w module GMP+ FSA. Każda firma uczestnicząca w GMP+ FC scheme, znajdująca się w Europie lub poza nią, musi - jeśli takie są wymagania – stosować się do tych limitów.

Zasadniczo limit pozostałości jakiegoś dodatku do pasz to procent maksymalnej zawartości, którą dopuszcza się jako domieszkę do paszy. W przepisach prawa UE limity pozostałości zostały ustalone w oparciu o współczynniki w następującej tabeli.

Dodatek do pasz/	Maks. procent (%)	Uwagi
Kokcydiostatyki	1	Dla pasz krytycznych
	3	Dla pozostałych pasz
Antybiotyki	2.5	

Powyższe limity zostały wyszczególnione w tabeli w rozdziale 3. W tej samej tabeli znajdują się też limity pozostałości dla szeregu innych substancji, w większości wyliczone ze 'współczynnikiem maks. 2,5%'.

3. W prawodawstwie UE wyszczególnione są jedynie limity dla tych dodatków do pasz, które są zatwierdzone w UE do użycia w paszach. W innych rejonach świata także inne substancje są dopuszczone do stosowania jako weterynaryjne produkty lecznicze lub dodatki do pasz. (specjalne kokcydiostatyki 'weterynaryjne produkty lecznicze' – lub produkty takie jak Oleaquinol i Carbadox) Pozostałości dla tych substancji muszą być wyliczone w oparciu o podane wyżej zawartości procentowe. W tabeli w rozdziale 3 produkty te powinny być zaklasyfikowane do grupy 'Inne substancje, dla których ustalono czas wycofania'.

### Wskazówka

'Inne substancje, dla których ustalono czas wycofania' to produkty '

- Które dodawane są celowo do pasz z zamiarem poprawy wydajności, produkcji lub zdrowotności zwierząt, oraz
- Które mogą być wykryte w produktach zwierzęcych (mięso, mleko lub jaja) i mogą być szkodliwe w razie spożycia przez człowieka, oraz
- Dla których w konsekwencji ustalono czas wycofania z użycia..

4. Muszą być spełnione obowiązujące wymogi prawne dla stosowania dodatków do pasz i weterynaryjnych produktów leczniczych, łącznie z dozowaniem oraz oznakowaniem. Jeśli przepisy wymagają dotrzymania innych limitów, także i one muszą być dochowane.

Wskazówka

Zwracamy uwagę, że wymogi GMP+ są głównie oparte o przepisy UE. Jednakże nie oznacza to, że – na przykład – firma położona poza Europą nie ma prawa produkować lub przetwarzać dodatku do pasz, który nie jest zatwierdzony w UE. Taki dodatek może być wytwarzany lub przetwarzany w warunkach GMP+ i system zabezpieczenia tej produkcji może być certyfikowany GMP+. Jednak taki dodatek nie może być używany jako dodatek do pasz przeznaczonych na rynek UE. Certyfikat GMP+ nie stanowi licencji na eksport do Europy.

### 3 Informacje podstawowe

Poniższa tabela przedstawia limity krytycznych pozostałości dla szeregu dodatków do pasz / weterynaryjnych produktów leczniczych.

Dodatki	Produkty przeznaczone na pasze dla zwierząt	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
Sól sodowa lasalocidu A	Materiały paszowe	1,25
	Mieszanki paszowe dla:	1,25
	- psów, cieląt, królików, koniowatych, zwierząt mlecznych, niosek, indyków (> 16 tygodni) oraz kurcząt hodowanych na nioski (>16 tygodni)	1,25
	- kurcząt na tucz, kurcząt na nioski (<16 tygodni) oraz indyków (<16 tygodni) na okres przed ubojem, w którym użycie soli sodowej lasalocidu A jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu)	3,75
	- pozostałych gatunków zwierząt	3,75
	Bażanty, perliczki, przepiórki i kuropatwy (poza nioskami) na okres przed ubojem, kiedy to używanie soli sodowej lasalocidu A jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu),	1,25
	Premiksy do użycia w paszach, w których użycie soli sodowej lasalocidu nie jest dozwolone	( <sup>1</sup> )
Narazyna	Materiały paszowe	0,7
	Mieszanki paszowe dla:	0,7
	- indyków, królików, koniowatych, niosek oraz kurcząt hodowanych na nioski (>16 tygodni)	2,1
	- pozostałych gatunków zwierząt	( <sup>1</sup> )
	Premiksy do użycia w paszach, w których używanie narazyny nie jest dozwolone.	( <sup>1</sup> )
Sól sodowa salinomycyny	Materiały paszowe	0,7
	Mieszanki paszowe dla:	0,7
	- koniowatych, indyków, niosek i kurcząt hodowanych na nioski (>12 tygodni)	0,7
	- Kurcząt na tucz, kurcząt hodowanych na nioski (< 12 tygodni) i królików na tucz na okres przed ubojem, kiedy użycie soli sodowej salinomycyny jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu)	2,1
	- pozostałych gatunków zwierząt	( <sup>1</sup> )
	Premiksy do użycia w paszach, w których użycie soli sodowej salinomycyny nie jest dozwolone.	( <sup>1</sup> )



Dodatki	Produkty przeznaczone na pasze dla zwierząt	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
Sól sodowa monenzyny	Materiały paszowe	1,25
	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li>- koniowatych, psów, małych przeżuwaczy (owce i kozy), kaczek, bydła, zwierząt mlecznych, niosek, kurcząt na nioski (&gt;16 tygodni) oraz indyków (&gt;16 tygodni)</li> <li>- kurcząt na tucz, kurcząt na nioski (&lt;16 tygodni) i indyków (&lt;16 tygodni) na okres przed ubojem, w którym użycie soli sodowej monenzyny jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu) .</li> <li>- pozostałych gatunków zwierząt</li> </ul>	1,25  1,25  3,75
	Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie soli sodowej monenzyny nie jest dozwolone.	(1)
	Sól sodowa semduramycyny	Materiały paszowe
Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li>- niosek oraz kurcząt hodowanych na nioski (&gt;16 tygodni)</li> <li>- kurcząt na tucz na okres przed ubojem, w którym używanie soli sodowej semduramycyny nie jest dozwolone (pasza na końcowy okres tuczu).</li> <li>- pozostałych gatunków zwierząt</li> </ul>		0,25  0,25  0,75
Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie soli sodowej semduramycyny nie jest dozwolone.		(1)
Maduramycyna amonu alfa		Materiały paszowe
	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li>- koniowatych, królików, indyków (&gt;16 tygodni), niosek i kurcząt hodowanych na nioski (&gt;16 tygodni)</li> <li>- kurcząt na tucz oraz indyków (&lt;16 tygodni) na okres przed ubojem, w którym stosowanie maduramucyny amonu alfa jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu)</li> <li>- pozostałych gatunków zwierząt</li> </ul>	0,05  0,05  0,15
	Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie maduramycyny amonu alfa jest niedozwolone.	(1)
	Chlorowodorek robenidyny	Materiały paszowe
Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li>- niosek i kurcząt hodowanych na nioski (&gt;16 tygodni)</li> <li>- kurcząt na tucz, królików na tucz i na rozród oraz indyków na okres przed ubojem, w którym używanie</li> </ul>		0,7  0,7

Dodatki	Produkty przeznaczone na pasze dla zwierząt	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
	chlorowodorku robenidyny jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu) - pozostałych gatunków zwierząt	2,1
	Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie chlorowodorku robenidyny jest niedozwolone.	( <sup>1</sup> )
Dekochinat	Materiały paszowe	0,4
	Mieszanki paszowe dla: - niosek i kurcząt hodowanych na nioski (>16 tygodni) - kurcząt na tucz na okres przed ubojem, w którym stosowanie dekokochinatu jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu) - pozostałych gatunków zwierząt	0,4 <del>0,4</del> 1,2
	Premiksy do użycia w paszach, w których używanie dekokochinatu jest niedozwolone.	( <sup>1</sup> )
Bromowódor halofuginonu	Materiały paszowe	0,03
	Mieszanki paszowe dla: - niosek, kurcząt hodowanych na nioski oraz indyków (>12 tygodni) - kurcząt na tucz oraz indyków (<12 tygodni) na okres przed ubojem, w którym stosowanie bromowodoru halofuginonu jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu) - pozostałych gatunków zwierząt	0,03 0,03 0,09
	Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie bromowodoru halofuginonu jest niedozwolone.	( <sup>1</sup> )
Nikabrazyna	Materiały paszowe	1,25
	Mieszanki paszowe dla: - koniowatych, niosek i kurcząt hodowanych na nioski (>16 tygodni) - pozostałych gatunków zwierząt	1,25 3,75
	Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie nikabrazyny (w kombinacji z narazyną) jest niedozwolone.	( <sup>1</sup> )
Diklazuril	Materiały paszowe	0,01
	Mieszanki paszowe dla: - niosek, kurcząt hodowanych na nioski (>16 tygodni) - królików na tucz i rozród na okres przed ubojem, w którym stosowanie diklazurilu jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu)	0,01 0,01
		0,03

<b>Dodatki</b>	<b>Produkty przeznaczone na pasze dla zwierząt</b>	<b>Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%</b>
	- Pozostałe gatunki zwierząt inne niż kurczęta hodowane na nioski (<16 tygodni), kurczęta na tucz, perliczki oraz indyki na tucz	
	Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie diklazurilu jest niedozwolone.	( <sup>1</sup> )
	Uwaga: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Kurczęta na tucz: pasza podawana tym kurczętom od 5 dnia przed ubojem</li> <li>• Indyki na tucz: pasza podawana tym indykom od 5 dnia przed ubojem</li> <li>• Świnie: pasza podawana świniom od 28 dnia przed ubojem</li> </ul>	
Dla pozostałych kokcydiostatów	Dla wszystkich pasz	1% maksymalnej zawartości, która jest dopuszczona do domieszania do paszy.
<b>Weterynaryjne środki lecznicze</b>	<b>Produkty przeznaczone na pasze dla zwierząt</b>	<b>Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%</b>
Sól sodowa sulfadiazyny	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Niosek</li> <li>- Kurcząt na tucz i indyków na tucz</li> <li>- Świń</li> <li>- Zwierząt mlecznych</li> </ul>	5 8 1 1
Sulfametoksazol	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Niosek</li> <li>- Kurcząt na tucz i indyków na tucz</li> <li>- Świń</li> <li>- Zwierząt mlecznych</li> </ul>	5 8 1 1
Doksycyklina	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Niosek</li> <li>- Kurcząt na tucz i indyków na tucz</li> <li>- Świń</li> <li>- Zwierząt mlecznych</li> </ul>	8 8 10 1 partia <sup>2</sup>
Oksytetracyklina	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Niosek</li> <li>- Kurcząt na tucz i indyków na tucz</li> <li>- Świń</li> <li>- Zwierząt mlecznych</li> </ul>	1 10 10 1 partia <sup>2</sup>
Iwermektyna	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Niosek</li> <li>- Kurcząt na tucz i indyków na tucz</li> </ul>	0,1 0,1

Dodatki	Produkty przeznaczone na pasze dla zwierząt	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
	- Świń - Zwierząt mlecznych	0,1 1 partia <sup>2</sup>
Tiamulina	Mieszanki paszowe dla: - Niosek - Kurcząt na tucz i indyków na tucz - Świń - Zwierząt mlecznych	1 8 10 1 partia <sup>2</sup>

Weterynaryjne produkty lecznicze	Produkty przeznaczone na pasze dla zwierząt	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
Tylmikozyzna	Mieszanki paszowe dla: - Niosek - Kurcząt na tucz i indyków na tucz - Świń - Zwierząt mlecznych	1 4 10 1 partia <sup>2</sup>
Trimetoprym	Mieszanki paszowe dla: - Niosek - Kurcząt na tucz i indyków na tucz - Świń - Zwierząt mlecznych	Powiązany z sulfadiazyną i tym samym wystarczająco zabezpieczony
Pozostałe dodatki do pasz/ weterynaryjne środki lecznicze	Produkty przeznaczone na pasze dla zwierząt	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
Pozostałe substancje, dla których wyznaczony został czas wycofania <sup>3</sup>	Wszystkie inne pasze dla zwierząt, które wytwarzają produkty zwierzęce, takich jak: - Nioski - Mleczne krowy, kozy, owce itd. - Kurczeta na ubój i indyki na tucz (pasza podawana od 5 dnia przed ubojem) - Świnie (pasza podawana od 28 dnia przed ubojem)	1

- (1) Maksymalny poziom substancji w premiksach to stężenie, które nie powinno skutkować poziomem substancji wyższym niż 50% maksymalnego poziomu ustalonego dla paszy, gdy przygotowana została zgodnie z instrukcją.
- (2) Nie wolno produkować paszy dla krów mlecznych na linii produkcyjnej, na której bezpośrednio przed używano tych dodatków/produktów.
- (3) Przykłady: Flubendazol, Carbadox, Olaquinox.

## 4 Limity dla pozostałości krytycznych

### 4.1 Informacje ogólne / Instalacje

Firma może stosować kilka środków kontroli celem zapewnienia, że pozostałości krytycznych dodatków do pasz i weterynaryjnych produktów leczniczych nie przekraczają limitów podanych w tabeli w rozdziale 3.

#### Wskazówka

Należy rozważyć:

- Całkowite nie stosowanie żadnych dodatków lub dodatków mających ustalony limit pozostałości.
- Oddzielenie lokalizacji, gdzie używa się dodatków do pasz / weterynaryjnych środków leczniczych od lokalizacji, gdzie nie są one używane.
- Rozdzielenie urządzeń produkcyjnych i wewnętrznych ciągów transportowych (z dodatkami oraz bez krytycznych dodatków do pasz/weterynaryjnych produktów leczniczych) w ramach danej lokalizacji.
- Wybór mniej krytycznych dodatków do pasz lub weterynaryjnych produktów leczniczych
- Przeznaczenie pierwszych 50-100kg paszy (wyprodukowanej po paszy ze środkiem weterynaryjnym) do zbiornika dla powtórnego przerobu.
- Używanie specjalnych urządzeń (transport wewnętrzny, mieszalnik, filtr).
- Prawidłową konserwację i czyszczenie urządzeń.
- Dawkowanie weterynaryjnych produktów leczniczych do mieszalnika lub urządzeń mieszających luzem.
- Używanie stałej kolejności dozowania dla mikrokomponentów.
- Korzystanie z krótkiej drogi transportu / właściwe wykorzystanie czasu przestoju.
- Unikanie miejsc, gdzie produkty mogą pozostawiać pozostałości.
- Stosowanie ścisłej kolejności produkcji/przeplukiwania. Patrz punkt 4.2.

We wszystkich standardach GMP+ znajduje się zapis, że środki kontroli muszą być zatwierdzone, a ich skuteczność weryfikowana z określoną częstotliwością ('zasady HACCP'). Obejmuje to również środki kontroli dla pozostałości weterynaryjnych produktów leczniczych/ dodatków do pasz.

Przy stosowaniu specjalnej kolejności produkcji dla kontrolowania limitów pozostałości wymagane jest specjalne zatwierdzenie i weryfikacja. Patrz punkt 4.2.4.

#### Wskazówka

*Zatwierdzenie: Musi odbywać się zgodnie z ogólnymi zasadami HACCP. Uczestnik musi upewnić się, że zastosowanie określonego środka kontroli da oczekiwany rezultat (= brak pozostałości lub przynajmniej poniżej limitu). Wyniki badań laboratoryjnych są tu bardzo pomocne. Po każdej istotnej zmianie, należy rozważyć na nowo środki kontroli i – jeśli zajdzie potrzeba – zaktualizować je i zatwierdzić.*

*Weryfikacja: Od czasu do czasu należy sprawdzać czy środki kontroli nadal dają spodziewane rezultaty (brak pozostałości lub przynajmniej poniżej limitów).*

## 4.2 Kontrolowanie pozostałości poprzez kolejność produkcji

### 4.2.1 Informacje ogólne

Powszechnie stosowaną metodą kontrolowania poziomów pozostałości jest przepłukiwanie instalacji produkcyjnej po używaniu weterynaryjnego produktu leczniczego lub dodatku do pasz, czyli 'czyszczenie' instalacji. Gdy korzysta się z tej metody należy wyliczyć i zastosować dokładną kolejność produkcji, z wystarczającą ilością partii przepłukujących dla zapewnienia, że poziomy pozostałości nie zostaną przekroczone.

Jeśli do przepłukiwania po produkcji paszy leczniczej lub paszy z kokcydiostatykiem używa się paszy, należy zapewnić, że poziom pozostałości weterynaryjnych produktów leczniczych lub dodatków do pasz w tej paszy nie przekroczy limitów.

Jeśli do przepłukiwania używa się materiału paszowego, musi on być dalej przetwarzany ze szczególną ostrożnością. Analiza ryzyka musi wykazać, że ten materiał paszowy zostanie użyty prawidłowo. Taki materiał paszowy może być użyty w paszy z takim samym kokcydiostatykiem lub antybiotykiem. Może także być utylizowany jako odpad.

Kalkulacja, która opiera się na stopniu pozostałości poprodukcyjnych dla danej instalacji, podaje jako wynik oczekiwane (wyliczone) poziomy pozostałości krytycznych dodatków do pasz i weterynaryjnych produktów leczniczych w kolejnych partiach produkowanych po partii, w której firma użyła krytycznego dodatku do pasz lub weterynaryjnego produktu leczniczego.

#### Uwaga:

Maksymalny poziom dodatku do pasz/ weterynaryjnego produktu leczniczego w premiksach to stężenie, które nie da w rezultacie poziomu tego dodatku/ weterynaryjnego produktu leczniczego wyższego niż 50% maksymalnych limitów ustalonych dla paszy wyprodukowanej zgodnie z instrukcją użycia premiksu.

#### Wskazówka

*Dla przykładu: Maksymalny poziom pozostałości dodatku do pasz wynosi 1 ppm. Premiks może przyczynić się do maksymalnie 0,5 ppm obecności dodatku w paszy (50%). Jeśli premiks musi być domieszany do paszy w ilości 5% zgodnie z instrukcją, maksymalny limit pozostałości dla premiksu wyniesie 10 ppm.*

Dodatki paszowe takie jak miedź i cynk mają również maksymalne limity, które nie mogą być przekroczone. Więcej informacji na ten temat – patrz GMP+ BA1. Należy upewnić się, że te limity nie są przekraczane.

### 4.2.2 Procent pozostałości poprodukcyjnych dla instalacji

#### 4.2.2.1 Informacje ogólne

Do pomiaru procentu pozostałości dla instalacji musi być używana procedura testowania opisana w rozdziale 5 tego aneksu. Wszystkie linie produkcyjne, przetwarzające i transportowe, które mogą przyczynić się do wystąpienia pozostałości muszą być testowane. Więcej informacji na ten temat – patrz rozdział 5.



#### 4.2.2.2 Częstotliwość

Minimalna częstotliwość pomiaru pozostałości w liniach produkcyjnych i transportowych zależy od dodatków paszowych i weterynaryjnych produktów leczniczych (pasz i premiksów je zawierających), które uczestnik przetwarza oraz od tego, czy wytwarza on pasze, dla których ustalony został limit pozostałości.

Jeśli uczestnik przetwarza lub transportuje produkty (pasze je zawierające), dla których ustalono specjalny limit pozostałości w tabeli w rozdziale 3, musi być znany procent pozostałości dla linii, na których te produkty są przetwarzane, produkowane lub transportowane. Jeśli uczestnik posiada takie linie produkcyjne, musi dokonywać pomiaru pozostałości przynajmniej raz na dwa lata.

W razie przetwarzania lub transportu jakiegokolwiek innego produktu, który może dawać pozostałości w produktach zwierzęcych, uczestnik musi dokonać pomiaru pozostałości przynajmniej raz.

Pomiar pozostałości poprodukcyjnych musi zostać przeprowadzony ponownie w razie istotnych zmian w instalacji.

#### 4.2.3 Współczynnik bezpieczeństwa

Rzeczywiste właściwości krytycznego dodatku do pasz lub weterynaryjnego produktu leczniczego w trakcie przetwarzania mogą różnić się od właściwości substancji do śladowania używanych w trakcie pomiaru procentu pozostałości poprodukcyjnych jedną z metod opisanych w rozdziale 5.

Aby uzyskać lepszą gwarancję, że faktyczne poziomy pozostałości nie przekraczają wyliczonych (oczekiwanych) poziomów, firma może skorzystać w kalkulacji kolejności produkcji z tak zwanego współczynnika bezpieczeństwa. Stosując współczynnik bezpieczeństwa w kalkulacji firma może zmniejszyć częstotliwość weryfikacji. Więcej na ten temat – patrz punkt 4.2.4.

Domyślny współczynnik bezpieczeństwa wynosi „3”. Jednakże w tabelach w punkcie 4.2.5 dla szeregu krytycznych dodatków do pasz i weterynaryjnych środków leczniczych ustalono inne współczynniki bezpieczeństwa.

#### Wskazówka

*Te współczynniki bezpieczeństwa zostały ustalone w oparciu o względny czynnik przylegania do ścian (instalacji), mierzony zgodnie ze specjalnie w tym celu opracowanym testem. Jeśli firma chciałaby skorzystać z tego testu dla ustalenia odpowiedniego współczynnika przylegania do ścian, należy skontaktować się z GMP+ International.*

#### 4.2.4 Zatwierdzanie i okresowa weryfikacja ('monitoring')

##### 4.2.4.1 Zatwierdzanie

Każda wyliczona sekwencja produkcji musi być prawidłowo zatwierdzona pod kątem skuteczności kontrolowania poziomów pozostałości. Należy pobrać i zbadać przynajmniej 2 próby.

Jeśli stopień pozostałości być zmierzony ponownie, a sekwencja produkcji policzona na nowo, należy przeprowadzić nowe zatwierdzenie.

#### 4.2.4.2 Weryfikacja

Dla potwierdzenia trwałej skuteczności stosowanej kolejności produkcji firma powinna monitorować poziomy pozostałości poprzez analizy odpowiednich pasz:

- a) W razie nie stosowania współczynnika bezpieczeństwa w kalkulacji sekwencji produkcji: 4 próby na rok
- b) W razie stosowania współczynnika bezpieczeństwa w kalkulacji kolejności produkcji: 2 próby na rok

#### Wskazówka

*Wybór należy do firmy. Jeśli współczynnik bezpieczeństwa jest stosowany, minimalna częstotliwość monitoringu jest niższa.*

Weryfikacja musi być dokonywana poprzez analizy poziomów pozostałości danego weterynaryjnego produktu leczniczego lub dodatku do pasz. Jeśli produkcji używa się więcej niż jednego weterynaryjnego produktu leczniczego lub dodatku do pasz, należy badać w ramach weryfikacji ten z najwyższym współczynnikiem bezpieczeństwa.

Analiza musi być przeprowadzona przez zatwierdzone laboratorium (patrz GMP+ BA10). Limit wykrywalny stosowanej metody analizy musi być odpowiedni dla wydania decyzji czy ustalony system kolejności produkcji jest wystarczający.

4.2.5 Dodatkowe informacje o współczynniku bezpieczeństwa

**Tabela 1: Dodatkowe informacje o współczynniku bezpieczeństwa dla niektórych kokcydiostatyków i histomonostatyków, które zostały zbadane za pomocą tak zwanego testu przylegania do ścianek.**

Nazwa	Producent	Współczynnik bezpieczeństwa	
		Świnie	Pozostałe
<b>Mieszanka narazyny i nikabrazyny</b>			
Maxiban G 160 premiks	Eli Lilly	3	1
<b>Sól sodowa lasalocidu</b>			
Avatec 15% CC	Roche	1	1
<b>Chlorowodorek robenidyny</b>			
Cycostat 66G	Roche	1	1
<b>Sól sodowa monenzyny</b>			
Elancoban G200 premiks	Eli Lilly	1	1
Coxidin (5 1 701)	Huvepharma	1	1
<b>Narazyna</b>			
Monteban G100 premiks	Eli Lilly	1	1
<b>Bromowodorek halofuginonu (764)</b>			
Stenorol	Huvepharma	1	1
<b>Diklazuril</b>			
Clinacox 0,5 % Premiks	Janssen Pharmaceutica nv	2	2
<b>Sól sodowa salinomycyny</b>			
Sacox 120 microGranulate	Huvepharma	1	1
Kokcisan 12%	KRKA	1	1

**Tabela 2: Dodatkowe informacje o współczynniku bezpieczeństwa dla niektórych premiksów leczniczych, które zostały zbadane za pomocą tak zwanego testu przylegania do ścianek.**

Nazwa	Producent/importer	Współczynnik bezpieczeństwa	
		Świnie	Pozostałe
<b>Doksycyklina/chlorowodorek bromheksyny</b>			
Feedmix Doxy-B	Dopharma Research B.V.	2,5	2,5
Pulmodox 5% Premiks	Virbac Laboratories	2,5	2,5
Doxyprex	Industrial Veterinaria S. A.	2,5	2,5
<b>Sulfadiazyna/trimetoprim</b>			
Feedmix Trim/sul 80/420	Aesculaap BV	3	3
Trimethosulf premiks	Eurovet Animal Health B.V.	3	2
Feedmix sulfatrim	Dopharma Research B.V.	3	3
<b>Sulfametoksazol/trimetoprim</b>			
Feedmix TS	Dopharma Research B.V.	3	3
Vetmulin 10% premiks do pasz leczniczych for medicated feeds	Huvepharma N.V.	1	1

Nazwa	Producent/importer	Współczynnik bezpieczeństwa	
		Świnie	Pozostałe
<b>Fosforan tylmikozyny</b>			
Tilmovet 10%, premiks do pasz leczniczych dla świń	Huvepharma N.V.	1	1
Tilmovet 4%	Huvepharma N.V.	1	1
Tilmovet 20%, premiks do pasz leczniczych dla świń	Huvepharma N.V.	1	1
<b>Fosforan tylozyny</b>			
Pharmasin 20 mg/g premiks	Huvepharma N.V.	1	1
Pharmasin 100mg/g premiks do pasz leczniczych dla świń, kurcząt na ubój i kurcząt hodowanych na nioski	Huvepharma N.V.	1	1
Pharmasin 250mg/g premiks do pasz leczniczych dla świń, kurcząt na ubój i kurcząt hodowanych na nioski	Huvepharma N.V.	1	1
Flubendazol (różne mieszanki)		3	3
Iwermektyna		3	3

## **5 METODY POMIARU POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH**

### **5.1 Wprowadzenie**

Przy pomiarze pozostałości poprodukcyjnych uczestnik musi korzystać z procedur znajdujących się w tej części aneksu.

Raport z kontroli pozostałości poprodukcyjnych musi spełniać dodatkowe warunki. Patrz opis metod poniżej (część: Raport kontroli)

N.B.

Dopuszcza się odstępstwa od metod to opisanych, o ile nie są naruszane zasady i można wykazać, że otrzymane wyniki będą ekwiwalentne.

W niektórych krajach wprowadzono specjalne przepisy dotyczące pomiaru pozostałości poprodukcyjnych. Wyniki takich pomiarów są akceptowalne dla wykazania zgodności z wymogami GMP+.

## 5.2 Ogólne podstawowe zasady odnośnie pomiaru pozostałości.

Przed pomiarem przenoszenia pozostałości dodatków do pasz w instalacji należy ustalić, za pomocą schematu blokowego (przykładowy schemat fabryki) i opisu rzeczywistej sytuacji w zakładzie, dla której części zakładu należy dokonać pomiaru.

Podstawową zasadą przy określaniu pozostałości jest założenie, że stopień pozostałości wynikających ze zwrotów jest znany i kontrolowany.

### Punkty gromadzenia pozostałości

Pozostałości poprodukcyjne w fabryce (produkującej mieszanki paszowe) mogą wynikać z następujących procesów:

#### 1. **Napełnianie zbiorników z premiksami**

Napełnianie zbiorników z premiksami może być przyczyną przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych. W celu określenia możliwych miejsc należy wykorzystać schemat blokowy. Punkty krytyczne to wspólny system transportu, rynny zsypane, systemy oddzielania oraz filtry.

W transporcie mechanicznym, jak na przykład taśmociągi, podnośniki, przenośniki ślimakowe, pozostałości poprodukcyjne występują zawsze i należy je mierzyć. Należy również wziąć pod uwagę dłuższe czasy przestoju (10 minut).

W przypadku napełniania zbiorników metodą pneumatyczną z osobnym filtrem dla każdego zbiornika, nie ma potrzeby zajmować się pozostałościami. Jeśli jest wspólny filtr, musi on po zakończeniu wyładunku, być wytrząsany przez co najmniej 10 minut do napełnianego zbiornika.

Należy opracować instrukcję kolejności zasypu, aby uniknąć niepożądanego mieszania się produktów.

W takiej sytuacji należy się upewnić, że nie występują nadmierne poziomy pozostałości.

#### 2. **Instalacje dozowania, rozdrabniania i mieszania**

Największa ilość pozostałości poprodukcyjnych dodatków oraz weterynaryjnych środków leczniczych występuje w procesach dozowania (dodawanie dodatków lub weterynaryjnych środków leczniczych) / (ewentualnego rozdrabniania) / mieszania / transportu i składowania produktu w formie mączki w komorze na gotowy produkt lub mączkę sprasowaną.

Miejsce dodawania premiksów powinno się znajdować jak najbliżej mieszalnika. Jest istotne, aby mierzona substancja była dodawana w tym samym miejscu, w którym dodano dodatki lub weterynaryjne produkty lecznicze.



### 3. Linie prasowania

W liniach prasowania mogą występować znaczne ilości pozostałości poprodukcyjnych. Pozostałości tych jest tym więcej, im większe są formy prasujące. Ponadto, zbiorniki pośrednie gromadzące produkt mogą również być źródłem pozostałości.

Należy zwrócić uwagę na fakt, że podczas granulowania, część produktu może być przenoszona z powrotem bezpośrednio do prasowanej mączki.

### 4. Załadunek i transport

Podczas składowania, załadunku i transportu produktu końcowego mogą wystąpić pozostałości poprodukcyjne krytycznych dodatków do pasz lub weterynaryjnych produktów leczniczych (takich jak nikabrazyna i weterynaryjne produkty lecznicze zawierające siarkę). W takich wypadkach należy stosować obowiązkową kolejność działań.

Uwagi wymaga także proces przesiewania ładunków luzem. Ewentualne przetwarzanie takich odsiewów musi odbywać się zgodnie z odpowiednimi przepisami prawa paszowego i powinno być dokładnie kontrolowane. Jakikolwiek odsiewy z pasz leczniczych nie mogą być ponownie przerabiane.

Jeśli można spodziewać się wystąpienia pozostałości poprodukcyjnych krytycznych dodatków i weterynaryjnych produktów leczniczych, firma powinna podjąć następujące kroki:

1. sporządzić obowiązkową sekwencję produkcji (działań)
2. ustalić dodatkowe środki kontroli w przypadku zmian w produktach
3. produkcję pasz zawierających krytyczne dodatki i weterynaryjne produkty lecznicze przeprowadzać na osobnej linii produkcyjnej
4. przestawić produkcję na korzystanie z mniej wrażliwych dodatków.

#### Punkty pomiaru pozostałości poprodukcyjnych

Głównymi przyczynami powstawania pozostałości są dozowanie / rozdrabnianie / mieszanie oraz prasowanie. Pozostałości muszą być zmierzone jeśli na danej linii produkowane są zarówno pasze zawierające wrażliwe dodatki jak i weterynaryjne produkty lecznicze z ustalonymi maksymalnymi poziomami pozostałości. W celu ich określenia ich w sposób prawidłowy należy uwzględnić następujące punkty pomiarowe:

Dla pomiarów produktu opuszczającego mieszalnik - bezpośrednio za mieszalnikiem i jak najbliższej tego urządzenia:

- a. przy wejściu do komory zawierającej sprasowaną mączkę przy produkcji granulatu lub komory zawierającej produkt końcowy przy produkcji mączki, do pomiarów pozostałości przy dozowaniu / rozdrabnianiu / mieszaniu.
- b. przy wejściu do komory zawierającej produkt końcowy granulowany, do pomiarów przenoszenia dla linii prasującej.

Pozostałości zmierzone w taki sposób uważa się za reprezentatywne dla danej instalacji.

#### Substancje używane do pomiarów pozostałości

W celu zachowania odpowiedniej wiarygodności ważne jest, by wybrać substancję pomiarową, którą można prawidłowo analizować, także gdy występuje ona w bardzo małych ilościach.

Dozwolone substancje pomiarowe są przedstawione w tabeli. Podano także wskazania na jaki stopień dokładności pozwala ich użycie przy pomiarach pozostałości produkcyjnych dla instalacji.

Metoda	Rozdział	Dolny limit <sup>1</sup> dokładności pomiaru pozostałości w % <sup>1)</sup>
Chlorek kobaltu 100 ppm	5.4	1
Siarczan kobaltu		
- 100 ppm	5.4.1	1
- 50 ppm	4.2.1	3
- 25 ppm	4.2.2	5
Białko/Mangan	5.5	Patrz tabela w 5.5
FSS-Lake 100ppm	5.7	1
F-Lake 100 ppm	5.7	1
FSS-Lake 10 ppm	5.7	1
RF mikroznacznik (metodą ważenia)	5.8	1
Fiolet metylowy	5.9	1

<sup>1)</sup> Rozdział 5.6 zawiera metodę pomiaru pozostałości poprodukcyjnych dla systemów produkcji premiksów i dodatków do pasz

### Raport kontroli

Podczas określania optymalnych rozwiązań i kontroli nad ich prawidłowym wdrażaniem istotne są dokładne raporty kontroli umożliwiające dalsze wykorzystywanie wyników w sposób jednoznaczny. Powinny one być oparte na dobrze przemyślanym i odpowiednio opisanym protokole, którego forma została wcześniej uzgodniona z osobami odpowiedzialnymi za jego wdrażanie. Raport powinien zawierać przynajmniej następujące punkty:

1. data
2. osoba/-y odpowiedzialne za kontrole pozostałości poprodukcyjnych
3. opis używanej metody
4. plan instalacji, z zaznaczonymi:
5.
  - a. urządzeniami do rozdrabniania, mieszania i prasowania, które zostały skontrolowane
  - b. miejscami, gdzie dodana została mierzona substancja
  - c. miejscami pobierania próbek
6. ilość i wielkość próbek
7. odstęp czasowy między pobieraniem próbek
8. wyniki analiz
9. odpowiednie wyliczenia pozostałości poprodukcyjnych
10. wszystkie wcześniejsze działania na próbkach takie jak rozdrabnianie, ujednolicanie, rozdzielanie i/lub łączenie próbek

<sup>1</sup> Dolny limit pozostałości poprodukcyjnych to procent pozostałości, który daje się wykryć przy zastosowaniu danej metody. Jeśli procent pozostałości jest niższy, wówczas należy przyjmować przynajmniej procent podany w tabeli.

### Nowe substancje pomiarowe

Nowe substancje pomiarowe mogą zostać dopuszczone na podstawie badań, które uzasadnią ich użycie i porównają z metodą referencyjną (metodą kobaltową). Raport zatwierdzający stosowanie nowych substancji pomiarowych powinien zawierać przynajmniej następujące elementy:

- a. Nazwa i dane adresowe jednostki zgłaszającej i firmy kontrolnej
- b. Uzasadnienie/opis problemu
- c. Charakterystykę obejmującą
  1. Instalacje do produkcji pasz, które mogą wykorzystywać nową substancję (włącznie z mieszalnikami/prasami/urządzeniami chłodzącymi)
  2. Referencyjne substancje pomiarowe oraz substancje poddawane badaniu
  3. Plan pobierania próbek dla próbek pobieranych z różnych partii płukania
  4. Przygotowywanie próbek w laboratorium
  5. Używane metody analizy
  6. Używane metody statystyczne
- d. Wyniki analiz
- e. Statystyczne opracowanie wyników analiz
- f. Wnioski
- g. Referencje

Raport można przedstawić do oceny przez zespół ekspertów GMP+ International.

### 5.3 Procedura kontroli dokładności procesu z użyciem kobaltu (metoda referencyjna)

#### 1. ZAKRES STOSOWANIA

Niniejsza procedura badania lub metoda określająca jednorodność mączek i zbóż może być używana do badania zwykłych premiksów i mieszanek podstawowych surowców paszowych w firmach produkujących mieszanki paszowe.

Metoda może również służyć do pomiaru pozostałości poprodukcyjnych w surowcach do produkcji mieszanek paszowych.

#### 2. DEFINICJE

Instalacja produkcyjna: Instalacja produkcyjna to instalacja przystosowana do produkcji mieszanek paszowych.

Mieszanka kobaltowa: Mieszanka kobaltowa to mieszanka rozdrobnionej pszenicy oraz sześciowodnego chlorku kobaltu w takich proporcjach, że poziom kobaltu w mieszance jest pomiędzy minimum 5% a maksimum 6%. Mieszankę należy przygotować zgodnie z instrukcją opisana w § 17 niniejszej procedury kontroli.

#### 3. ZASADY

Procedura kontrolna dla ustalenia stopnia jednorodności w mieszankach mączek używanych do przygotowania mieszanek paszowych przewiduje stosowanie mieszaniny zawierającej kobalt która, dzięki swym właściwościom, może zastąpić zwykle dodatki do mieszanek paszowych

Procedura kontrolna obejmuje przetwarzanie trzech partii tej samej mieszanki paszowej. Pierwsza partia służy do płukania instalacji produkcyjnej oraz ustalenia „naturalnego” poziomu kobaltu w danej paszy. Mieszanina zawierająca kobalt (patrz punkt 2) dodawana jest do drugiej partii. W próbkach mączki i granulatu z drugiej partii ustalany jest poziom kobaltu. Trzecia partia produkcyjna zawiera samą paszę, bez dodatku mieszanki zawierającej kobalt. Poziom kobaltu w próbkach mączki i granulatu z tej partii jest również ustalany. Poziom ten obrazuje wielkość pozostałości poprodukcyjnych dla danej instalacji.

Zawartość kobaltu w pobranych próbkach ustalana jest za pomocą atomowej analizy absorpcyjnej (AAS) po rozkładzie termicznym analizowanej próbki w temperaturze 550 stopni Celsjusza.

#### 4. SPRZĘT I NARZĘDZIA

Wyposażenie niezbędne do przeprowadzenia kontroli to:

- a. 110 plastikowych pojemników z pokrywkami o pojemności 500 ml do przechowywania próbek mączki i granulatu.
- b. Plastikowy próbobiornik w kształcie łyżki do poboru próbek.

Określona powyżej liczba pojemników jest potrzebna, jeśli próbki mączki pobierane są w jednym punkcie instalacji produkcyjnej, a próbki granulatu pobierane są w innym punkcie. Dla każdego dodatkowego punktu pobierania próbek potrzeba 48 nowych pojemników plastikowych o pojemności 500 ml..

Próbki należy przekazać do laboratorium, które jest w stanie zbadać poziom kobaltu przy pomocy atomowej analizy absorpcyjnej.

Z takim laboratorium należy umówić się odpowiednio wcześniej, w celu przeprowadzenia analizy jak najszybciej po pobraniu próbek.

## 5. WYMAGANE INFORMACJE O FIRMIE

Poniższe informacje będą wymagane z góry od firmy produkującej mieszanki paszowe w której przeprowadzana jest kontrola:

- a. schemat blokowy instalacji produkcyjnej, na którym wskazane jest gdzie podczas przeprowadzania kontroli dodawana jest mieszanka zawierająca kobalt i gdzie pobierane są próbki.

W trakcie realizowania procedury kontroli należy przedstawić:

- b. wydruki komputerowe lub ich kopie przedstawiające:
    1. skład danej mieszanki paszowej
    2. wagę partii określoną przez komputer, oraz
    3. rzeczywistą wagę partii
- lub, przy braku komputeryzacji:
1. skład danej mieszanki paszowej
  2. wyliczoną wagę partii jako sumę wag wszystkich składników
  3. odczyt rzeczywistej wagi partii.

Do wyliczenia wagi partii w mieszalniku i prasie do granulowania niezbędne są następujące informacje:

- c. gdzie i jaką ilość melasy, winiasy i innych składników płynnych dodano do głównego strumienia produkcji paszy, oraz
- d. gdzie i ile tłuszczu itp. dodano do głównego strumienia paszy. Wymagane jest oznaczenie punktów dodawania tych składników na schemacie blokowym.

## 6. DODAWANIE MIESZANKI KOBALTOWEJ

Mieszanka kobaltowa o nominalnym poziomie kobaltu wynoszącym co najmniej 5% i maksymalnie 6% jest dodawana do drugiej partii mieszanki paszowej.

Miejsce, w którym dodawana jest mieszanka zawierająca kobalt, zależy od ścieżki przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych, które mają być zmierzone (patrz punkt 7.1). Miejsca wybrane do dodania mieszanki i pobierania próbek powinny być zaznaczone na schemacie blokowym przedstawiającym daną instalację produkcyjną.

Należy dodawać taką ilość mieszanki kobaltowej, która odpowiada dawce 2.0 kg na tonę mieszanki paszowej. Waga partii określona przez komputer może zostać przyjęta dla tych celów.

## 7. POBIERANIE PRÓB I DALSZE POSTĘPOWANIE Z PRÓBAMI

### 7.1 Próby pobrane przez zakład

#### 7.1.1 pobieranie prób

Podczas wdrażania procedury kontroli firma produkująca mieszanki paszowe pobiera próby we wcześniej ustalonych miejscach:

- a. za mieszalnikiem lecz jak najbliżej tego urządzenia (patrz 13.1)
- b. przy wlocie do zbiornika na produkt końcowy w przypadku produkcji mączki lub zbiornika na mączkę sprasowaną
- c. przy wlocie do zbiornika na produkt końcowy w przypadku produkcji granulatu
- d. w innym punkcie końcowym niezbędnym dla ścieżki przebiegu pozostałości poprodukcyjnych

Jeśli nie ma dostępu do mączki lub granulatu w wymaganych punktach, należy wykonać odpowiednie otwory, po konsultacjach z firmą.

#### **Produkcja mączki**

Z pierwszej partii pobierane są tylko próbki mączki bezpośrednio za mieszalnikiem, jest to 10 próbek do ustalenia poziomu kobaltu i kolejne 4 próbki do ustalenia poziomu wilgotności.

Z drugiej partii pobierane jest 20 próbek mączki (w miejscu bezpośrednio za mieszalnikiem) oraz 20 próbek mączki o wielkości 500 ml (z wejścia do silosu zawierającego produkt końcowy) oraz 4 próbki mączki (z wejścia do komory zawierającej produkt końcowy) do ustalenia poziomu wilgotności.

Z trzeciej partii pobierane jest 20 próbek mączki (w miejscu bezpośrednio za mieszalnikiem oraz 20 próbek granulatu o wielkości 500 ml (z wejścia do komory zawierającej produkt końcowy) w celu ustalenia poziomu kobaltu, oraz 4 próbki mączki (bezpośrednio za mieszalnikiem) i 4 próbki granulatu (wejście do komory zawierającej produkt końcowy) do ustalenia poziomu wilgotności.

#### **Produkcja granulatu**

Z pierwszej partii pobierane są tylko próbki mączki bezpośrednio za mieszalnikiem, jest to 10 próbek do zbadania poziomu kobaltu i kolejne 4 próbki do zbadania poziomu wilgotności.

Z drugiej partii pobierane jest 20 próbek mączki (w miejscu bezpośrednio za mieszalnikiem) oraz 20 próbek granulatu o wielkości 500 ml (z wejścia do komory zawierającej produkt końcowy) w celu zbadania poziomu kobaltu, oraz 4 próbki mączki (bezpośrednio za mieszalnikiem) i 4 próbki granulatu (wejście do komory zawierającej produkt końcowy) do zbadania poziomu wilgotności.

Z trzeciej partii pobierane jest 20 próbek mączki (w miejscu bezpośrednio za mieszalnikiem oraz 20 próbek granulatu o wielkości 500 ml (z wejścia do komory zawierającej produkt końcowy) w celu ustalenia poziomu kobaltu, oraz 4 próbki mączki (bezpośrednio za mieszalnikiem) i 4 próbki granulatu (z komory zawierającej produkt końcowy) do zbadania poziomu wilgotności.

W celu oddzielenia pomiaru pozostałości produkcyjnych dla dozowania / rozdrabniania / mieszania oraz dla prasowania, podczas przetwarzania drugiej i trzeciej partii, należy pobrać kolejne 20 próbek mączki w celu zbadania poziomu kobaltu i 4 próbki mączki do ustalenia poziomu wilgotności, przy wlocie zbiornika zawierającego sprasowaną mączkę, Metoda działania jest identyczna jak metoda dla produkcji mączki.

#### **Pojemniki na próby**

Wszystkie pojemniki na próbki są oznaczone kodem próbki jeszcze przed uruchomieniem produkcji pierwszej partii paszy. Kiedy rozpocznie się przepływ mączki i/lub granulatu dla kontrolowanej partii, należy pobrać 20 próbek mączki i 20 próbek granulatu o wielkości 500 ml, rozkładając czas pobierania próbek równomiernie na cały okres przepływu danej partii. Pojemniki na próbki należy wypełniać po brzegi w celu zapewnienia odpowiedniego poziomu wymieszania (w przypadku próbek mączki).



Uwaga: Pobieranie próbek w sposób jak najbardziej równomierny podczas całego czasu trwania produkcji danej partii jest niezbędne, aby mogły one być reprezentatywne dla całej partii.

#### 7.1.2 Postępowanie z próbkami

Każda próbka mączki i granulatu jest rozdrabniana w odpowiednim młynku. W wyniku rozdrabniania 90% produktu musi przejść przez sito 1.00 mm, a 50% musi przejść przez sito 0.50 mm. Należy stosować sита o okrągłych otworach. Nie należy mieć próbek drobniej niż jest to konieczne, w celu uniknięcia zbytniego nagrzewania się młynka.

Najpierw należy rozdrobnić próbki mączki i granulatu z pierwszej partii, następnie te z trzeciej partii (partii pomiaru pozostałości), a na końcu te z drugiej partii. W ten sposób próbki mielone są w porządku rosnącym dla poziomu kobaltu.

Po każdej próbce młynek należy oczyścić za pomocą sprężonego powietrza.

Po przemieleniu 24 próbek młynek należy każdorazowo oczyścić przy pomocy zarówno powietrza sprężonego oraz, po rozmontowaniu odpowiednich części, szczotkować niezbyt miękką szczotką. Nie powinien pozostać żaden materiał z poprzednich grup próbek.

Każda rozdrobioną próbkę należy dokładnie wymieszać i ponownie umieścić w oryginalnym pojemniku.

#### 7.1.3 Przechowywanie próbek pobranych w zakładzie produkcyjnym

Próbki pobrane w zakładzie, które nie zostały przebadane w ciągu tygodnia powinny być przechowywane w pomieszczeniu klimatyzowanym, w temperaturze 35 stopni Celsjusza.

#### 7.2 Analiza próbek

Próbki przeznaczone do zbadania, które były przechowywane w klimatyzowanym pomieszczeniu powinny zostać przeniesione co najmniej 16 godzin przed rozpoczęciem ich analizy do miejsca, w którym będą badane. W ciągu tego czasu nie należy otwierać opakowań w których znajdują się próbki (patrz punkt 13.2). Po tym czasie należy postępować zgodnie z poniższymi instrukcjami.

Mieszankę przeznaczoną do badań należy ujednoczyć, najlepiej w oryginalnym pojemniku na próbkę, mieszając ją łyżką lub łopatką.

Z jednej próbki należy wydzielić 2 próbki do analizy o wymaganej wielkości, a następnie przeprowadzić badanie poziomu kobaltu w obu próbkach

### **7. BADANIE POZIOMU WILGOTNOŚCI**

Próbka pierwotna pobrana do badań na poziom wilgotności służy do sporządzenia dwóch próbek analitycznych.

Poziom wilgotności jest badany na próbkach analitycznych zgodnie z metodą opisaną w zestawie dokumentów "Metody Badań Pasz Zwierzęcych" ("Animal Feed Inspection Methods") opracowanym przez Product Board Animal Feed ([www.pdv.nl](http://www.pdv.nl)) lub zgodnie z instrukcją w NEN 3332.

### **8. OKREŚLENIE POZIOMU KOBALTU**

#### 9.1 Zasady określenia poziomu kobaltu

Ustalanie poziomu kobaltu dokonywane jest za pomocą atomowej analizy absorpcyjnej (AAS) po rozkładzie termicznym analizowanej próbki mierzonej filtrem 240.7 nanometrów po wstrzyknięciu roztworu do płomienia urządzenia.

Wykres kalibracji można sporządzić za pomocą wcześniej wykonanych roztworów zawierających dokładnie znaną zawartość kobaltu. Wartość absorpcji zmierzona w próbkach poddanych analizie konwertowana jest w celu uzyskania poziomu kobaltu. Poziom kobaltu wyrażany jest w częściach milionowych (ppm).

Zawartość kobaltu określona w próbkach poddanych analizie podlega korekcie o "naturalną" zawartość kobaltu ustaloną dla próbek mączki pobranych z pierwszej partii produkcyjnej.

### 9.2 Próbki wzorcowe

Instrukcje robocze dotyczące ustalania poziomu kobaltu przy pomocy absorpcyjnej spektrometrii atomowej obejmują również włączenie próbek wzorcowych o znanej zawartości kobaltu do każdej sekwencji analizy próbek. Próbki wzorcowe służą do kontroli zmierzonego poziomu kobaltu.

### 9.3 Wyniki niestandardowe

Jeśli poziom kobaltu ustalony w dwóch próbkach analitycznych sporządzonych z pojedynczej próbki dostarczonej przez firmę odbiega od średnich pomiarów o więcej niż 5%, należy pobrać dwie kolejne próbki do analizy z próbki dostarczonej przez daną firmę i przeprowadzić ich badania (patrz 13.3).

## **11. OPRACOWYWANIE WYNIKÓW**

### 10.1 Wyniki niestandardowe

Wyniki uzyskane podczas ustalania poziomu kobaltu w trzech partiach produkcyjnych mieszanki paszowej mogą być ocenione pod kątem odchyień, pod warunkiem że próbki pochodzą od firmy, dla której dokonano więcej niż dwóch analiz. W takim przypadku, z dostępnych wyników próbek dostarczonych przez daną firmę wybiera się dwa najbardziej do siebie zbliżone wyniki. Te dwa wyniki są również włączane do dalszych obliczeń. Pozwala to uniknąć analizy wariancji z nierównymi stopniami swobody.

Po dodaniu kobaltu do paszy w drugiej partii produkcyjnej, poziom kobaltu w pierwszych próbkach będzie niższy niż w kolejnych próbkach [2]. Dzieje się tak ponieważ stopień przenoszenia obejmuje zarówno pierwszą jak i drugą partię produkcyjną paszy.

Nie może to zostać pominięte w procesie określania jednorodności paszy dla drugiej partii produkcyjnej. Choć statystycznie nie jest to prawidłowe, poziomy kobaltu w próbkach pobranych z drugiej partii nie są oceniane wobec niestandardowych, średnich poziomów, lecz są wszystkie włączone do obliczania współczynnika wariancji dla jednorodności. Należy jednak pamiętać, że informacje podane w pierwszym zdaniu niniejszego paragrafu cały czas mają zastosowanie. Fakt, że rozpiętość średnich wyników dla dwudziestu próbek nie jest „normalna”, lecz w pewnym sensie zakłócona, powinien być ignorowany.

Odwrotne obserwacje dotyczą próbek z trzeciej partii paszy. W tym wypadku próbki wykazują relatywnie wysoki poziom kobaltu w wyniku przenoszenia pozostałości paszy zawierającej kobalt z drugiej do trzeciej partii [2]. Zazwyczaj rozpiętość poziomów kobaltu w próbkach pobranych z trzeciej partii jest znacznie bardziej zakłócona niż w przypadku partii drugiej. Z tego względu wyniki uzyskane w procesie ustalania poziomu kobaltu w próbkach pobranych z trzeciej partii nie są sprawdzane pod kątem odchyień.

Nie wykonuje się również obliczeń współczynnika wariancji dla jednorodności, wystarczy sporządzić wykres średnich poziomów kobaltu dla ponumerowanych próbek.

Dopóki próbki są odpowiednio reprezentatywne dla całej partii, co oznacza że ich pobieranie zostało odpowiednio rozłożone w czasie, średnia wartość przeniesionych pozostałości kobaltu może zostać wyliczona w jednostkach bezwzględnych lub jako procent poziomu w partii drugiej.

### 10.2 Przeliczenie na suchą masę

Zmierzona zawartość kobaltu odnosi się do próbek analitycznych lub pobranych w procesie produkcji o określonej wilgotności (na bazie produktu). Aby móc dalej pracować nad wynikami poziomów kobaltu należy je wszystkie odnieść do suchej masy.

Dla tej konwersji używa się następującego wzoru:

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

gdzie

- C = zawartość kobaltu w suchej masie w ppm  
 V = poziom wilgotności dla grupy próbek z procesu produkcji w %  
 C1 = zmierzony poziom kobaltu na bazie produktu w ppm.

Oznaczony poziom kobaltu dla suchej masy powinien zostać pomniejszony o "naturalną" zawartość kobaltu w suchej masie zmierzony w pierwszej partii produkcji.

Poziom kobaltu dla suchej masy po takim skorygowaniu będzie używany w dalszym przetwarzaniu wyników.

### 10.3 Pozostałości poprodukcyjne

Przenoszenie pozostałości poprodukcyjnych dla instalacji oblicza się zgodnie z niniejszą procedurą kontroli, dla danego punktu pomiaru, w sposób następujący: Średni poziom kobaltu dla suchej masy w grupie próbek pobranych w firmie z trzeciej partii należy podzielić przez średni poziom kobaltu w grupie próbek pobranych z drugiej partii. Po pomnożeniu wyniku przez 100 uzyskuje się średni poziom przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych dla instalacji.

### 10.4 Analiza wariancji

Zmierzone i poddane korekcie poziomy kobaltu dla suchej masy określone dla próbek pobranych z drugiej partii wykorzystywane są jako elementy w analizie wariancji. Wyniki dla mączki i granulatu są analizowane osobno

W analizie wariancji rozróżnia się następujące źródła rozbieżności:

- różnice pomiędzy powtórzeniami w ramach próbek pobranych w firmie, oraz
- różnice pomiędzy średnimi dla próbek z jednej grupy próbek pobranych w firmie.

Wyniki analizy wariancji to:

- odchylenie standardowe pomiędzy powtórzeniami (lub w ramach próbek)
- odchylenie standardowe pomiędzy średnimi próbek (lub pomiędzy próbkami)
- średni poziom kobaltu dla próbki analitycznej

- d. średni poziom kobaltu dla grupy próbek pobranych w procesie produkcji
- e. liczba stopni swobody dla każdego odchylenia standardowego

Obliczone odchylenia standardowe konwertowane są do postaci empirycznych współczynników wariacji poprzez mnożenie odchylenia standardowego przez 100 i następnie dzielenie uzyskanego wyniku przez średni poziom kobaltu dla danej grupy próbek pobranych w firmie. Współczynnik empiryczny wariacji obliczany w ten sposób jest miarą jednorodności dla danego punktu pomiarowego

Konwersja jest niezbędna ze względu na fakt, że odchylenie standardowe jest wysoce zależne od poziomu kobaltu w grupach próbek pobranych w procesie produkcyjnym.

Arytmetyczne podstawy analizy wariacji opisane szczegółowo można znaleźć niemal w każdym podręczniku statystyki matematycznej. Patrz, na przykład, [1].

Poziomy kobaltu dla poszczególnych próbek w próbkach analitycznych z trzeciej partii są pokazywane na wykresie. Te wyniki poziomów kobaltu nie nadają się dla analizy wariacji, ponieważ mogą się znacznie różnić i zazwyczaj nie rozkładają się w normalny sposób. Średni poziom kobaltu dla trzeciej partii może zostać obliczony w sposób opisany w punkcie 10.3.

## 12. RAPORTOWANIE

Dla każdej grupy próbek pobranych w firmie raportuje się:

- a. średnią wilgotność dla grupy próbek pobranych w firmie (0.01%)
- b. średnią wyliczoną ze skorygowanych poziomów kobaltu dla suchej masy dla każdej próbki analitycznej (0.1 ppm przy poziomie kobaltu wyższym od 10 ppm i 0.01 ppm przy poziomie kobaltu równym 10 ppm lub niższym)
- c. średnią skorygowanych pomiarów poziomu kobaltu w próbkach pobranych w firmie dla grupy próbek (0.1 ppm przy poziomie kobaltu powyżej 10 ppm i 0.01 ppm przy poziomie kobaltu równym 10 ppm lub niższym)
- d. wyliczoną wartość pozostałości poprodukcyjnych dla instalacji zgodnie z procedurą kontroli.

Raport sporządzany jest również dla każdej grupy próbek pobranych w firmie z pierwszej i drugiej partii paszy, zawiera on:

- a. odchylenie standardowe pomiędzy powtórzeniami (0,0001 ppm)
- b. odchylenie standardowe pomiędzy średnimi próbek (0,0001 ppm)
- c. liczba stopni swobody związana z odchyleniami standardowymi, jak opisano w punktach 4 i 5.
- d. współczynnik empiryczny wariacji pomiędzy powtórzeniami (0.01%)
- e. współczynnik empiryczny wariacji pomiędzy średnimi próbek (0,01%)

## 13. OCENA WYNIKÓW

### 12.1 Powtarzalność pomiaru kobaltu

Współczynnik empiryczny wariacji pomiędzy powtórzeniami jest miarą powtarzalności pomiaru poziomów kobaltu łącznie z przetwarzaniem próbek. Współczynnik empiryczny wariacji pomiędzy powtórzeniami w poprawnie przeprowadzonych pomiarach wynosi około 3 – 4% [2]. Jeśli współczynnik empiryczny wariacji jest wyższy, należy przeprowadzić dalsze badania.

Powtarzalność (r) jest wskaźnikiem 2.83 raza wyższym, zatem wynosi on około 8.5 – 11.3%. Oznacza to, że przy przeprowadzaniu pomiaru dla duplikatu przez tego samego analityka pracującego na tym samym sprzęcie, raz na 20 przypadków występuje różnica pomiędzy dwoma wynikami wyższa niż podana wartość powtarzalności (r).

### 12.2 Jednorodność materiału

Współczynnik empiryczny wariancji pomiędzy średnimi próbek jest miarą jednorodności mieszanki mączki lub granulatu, z których pobrano próbki w danej firmie. Statystycznie, grupa próbek danej firmy nie jest jednorodna jeśli odchylenie standardowe między średnimi próbek przekracza odchylenie standardowe między powtórzeniami o więcej niż podany wskaźnik (test F). Przy bardzo małych odchyleniach standardowych między powtórzeniami prowadzi to do uznania mieszanki za niejednorodną, mimo że pod względem technicznym nie ma to uzasadnienia.

## **14. UWAGI:**

### 13.1 Pierwszy punkt pobierania próbek

Mieszanka paszowa nie jest jednorodna tuż po dodaniu różnych składników. Nawet po zmieleniu surowców śrutownikiem młotkowym problem ten pozostaje. Drobne części surowców przemieszczają się wokół śrutownika młotkowego i przechodzą bezpośrednio do mieszalnika. Jednorodna mieszanka może więc powstawać najwcześniej w mieszalniku. Pobieranie próbek bezpośrednio z mieszalnika jest trudne i może być niebezpieczne, dlatego nie jest zalecane. Należy zatem pobierać próbki w punkcie znajdującym się bezpośrednio za mieszalnikiem. W przypadku większości firm punkt ten znajdować się będzie w miejscu wydostawania się produktu ze zbiornika mieszalnika.

### 13.2 Warunki przechowywania próbek pobranych w firmie

Próbki pobrane w firmie, które nie są analizowane od razu, powinny być przechowywane w chłodzonym pomieszczeniu, aby zapobiec ich zepsuciu. Próbki te należy odpowiednio wcześniej przenieść w miejsce, gdzie będzie przeprowadzane badanie. Pozwoli to na doprowadzenie próbki do temperatury otoczenia, panującej w laboratorium. Dzięki temu materiał próbki nie jest narażony na skraplanie pod wpływem cieplejszego powietrza w laboratorium. Skraplanie się pary wodnej uniemożliwia ustalenie poprawnej zawartości płynu w próbce. Nierównomierny rozkład skroplonej wody w materiale z próbki spowoduje również większy rozrzut wyników dotyczących poziomu kobaltu.

### 13.3 Niestandardowe wyniki pomiarów kobaltu

Jeśli dwa pomiary poziomu kobaltu dla próbek analitycznych z tej samej firmy różnią się o więcej niż 5% należy przeprowadzić analizy dwóch nowych próbek. Procedura ta prowadzi najczęściej do odrzucenia jednego z czterech wyników. Co więcej, w niektórych przypadkach próbki dostarczane przez firmy analizowane są nie tylko dwukrotnie, ale czasami trzy lub czterokrotnie do uzyskania jednolitych wyników. Utrudnia to przeprowadzenie analizy wariancji. Statystycy opracowali metody obliczeniowe pozwalające zastąpić więcej niż dwa rzeczywiste wyniki dwoma wynikami, które w ten sam sposób wpływają na wariancję wyników.

Ponieważ ustalenie, czy dana mieszanka jest jednorodna opiera się na technologicznym ustaleniu górnej wartości współczynnika empirycznego wariancji, postanowiono uprościć tę metodę.



Spośród trzech lub czterech wyników z których jeden (lub dwa) odchylają się, odrzuca się wyniki odchylające się.  
Jeśli pozostaną trzy właściwe wyniki, wtedy wykorzystuje się dwa wyniki najbliższe sobie. Dzięki temu analiza wariancji opiera się na dwóch próbkach danej firmy, z których każda ma dwa powtórzenia.

## 15. BEZPIECZEŃSTWO

W praktyce procedura kontroli jest zazwyczaj przeprowadzana w firmie produkującej mieszanki paszowe.

Osoby przeprowadzające kontrolę w firmie produkującej mieszanki paszowe powinny stosować się do następujących zasad bezpieczeństwa:

- a. zapoznać się przed rozpoczęciem pracy z zasadami bezpieczeństwa obowiązującymi w danej firmie produkującej mieszanki paszowe
- b. w trakcie przebywania w danej firmie przestrzegać zasad bezpieczeństwa obowiązujących w tej firmie
- c. podczas dodawania premiksów zawierających kobalt do głównej linii produkcyjnej obowiązuje rękawice ochronne oraz maseczki chroniące drogi oddechowe i zasłaniające nos.

## 16. PRZETWARZANIE MIESZANEK PASZOWYCH ZAWIERAJĄCYCH KOBALT

Mieszanka zawierająca kobalt dodawana jest do drugiej partii paszy, produkowanej na potrzeby kontroli, w ilości 2 kilogramów na tonę paszy. Mieszanka paszowa zawierać więc będzie około 100 ppm kobaltu. Pasza taka powinna być przechowywana w oddzielnej komorze i nie nadaje się do handlu.

Zaleca się, by pasza zawierająca kobalt została rozcieńczona w taki sposób aby stężenie kobaltu w produkcie końcowym przeznaczonym do handlu wynosiło nie więcej niż 2 ppm. Należy również wziąć pod uwagę istniejący poziom zawartości kobaltu w wykorzystywanych surowcach.

Pasza z trzeciej partii zawiera zazwyczaj jedynie niewielkie ilości kobaltu. Jako że stopień przenoszenia pozostałości nie znany jest wcześniej, należy pamiętać o możliwych znacznych odchyleniach poziomu zawartości kobaltu w tej paszy. Wskazane jest zatem przechowywanie tej paszy oddzielnie i odpowiednie jej rozcieńczenie.

Jeśli firma produkująca mieszanki paszowe nie chce wykorzystywać tej paszy w żadnym celu, powinna ją potraktować jak odpad chemiczny, odpowiednio z nią postępować oraz prawidłowo zutylizować

## 16. LITERATURA

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

## 17. STANDARDOWA INSTRUKCJA PRZYGOTOWANIA MIESZANKI KOBALTOWEJ

### Wstęp

Mieszanka zawierająca kobalt przeznaczona do przeprowadzania procedury kontrolnej jest wilgotną mieszanką rozdrobnionej pszenicy i sześciowodnego chlorku kobaltu. Pozwala to na należyte rozproszanie kobaltu w całej mieszance oraz sprawia, że mieszanka kobaltowa nie odbiega w sposób znaczący od mieszanki paszowej pod względem cech charakterystycznych.

### Składniki

- rozdrobniona pszenica, wysokiej jakości, jako nośnik
- sześciowodny chlorek kobaltu, czystość minimum 99%
- woda, przynajmniej o jakości wody pitnej

### Sprzęt

- sprzęt do mieszania nadający się do produktów suchych i mokrych, na przykład mieszalnik Nauta z kruszarką grudek
- sprzęt do natryskiwania pod ciśnieniem (powietrze sprężone)
- sprzęt osuszający z wentylatorem nawiewnym
- sprzęt do rozdrabniania, w tym wysokoobrotowa rozdrabniarka
- sprzęt do przesiewania (sita)

### Środki bezpieczeństwa

Podczas pracy z kobaltem, szczególnie podczas natryskiwania, rozdrabniania i przesiewania, należy chronić usta i nos oraz założyć odpowiednie rękawice ochronne wykonane z materiału syntetycznego.

### Przygotowanie mieszanki kobaltowej

Wymagane ilości sześciowodnego chlorku kobaltu i rozdrobnionej pszenicy są odważane. Sześciowodny chlorek kobaltu jest rozpuszczany w około dwukrotnie większej ilości wody. Mieszankę podgrzewa się lekko jeśli zajdzie taka potrzeba (maks. 50 °C) aż do uzyskania klarownego roztworu. Roztwór przenoszony jest do zbiornika ciśnieniowego sprzętu natryskującego. Zważona rozdrobniona pszenica jest umieszczana w mieszalniku, następnie mieszalnik zostaje uruchomiony a w zbiorniku ciśnieniowym wytwarza się ciśnienie o wartości około 2 - 2,5 barów. Przewód prowadzący od natryskiwacza do mieszalnika jest otwierany, co powoduje rozpylenie się roztworu. Gdy sześciowodny chlorek kobaltu zostanie już całkowicie rozpylony, najczęściej w dwóch, lub więcej, etapach w zależności od pojemności zbiornika ciśnieniowego, cały sprzęt który został użyty trzy razy do przygotowania roztworu kobaltu i rozpylenia musi być wypłukany odpowiednią ilością wody. Wilgotna mieszanka zawierająca kobalt jest mieszana przez następne 15 minut.

Następnie mieszalnik jest jak najdokładniej opróżniany, a mieszanka suszona jest przez 24 godziny w temperaturze 60 °C.

Wysuszony materiał jest kruszony za pomocą wysokoobrotowej rozdrabniarki (na przykład młynka igłowego) i przesiewany przez sito o oczkach maksimum 500 µ. Pozostałości po przesiewaniu mogą zostać ponownie rozdrobnione i przesiane jeszcze raz na tym samym sicie.



Materiał po przejściu przez sito jest zbierany, ujednolicony w mieszalniku i pakowany hermetycznie, w porcje o wielkości dostosowanej do wykorzystania podczas procedur kontroli (tj. 2kg/tonę).

Na opakowaniu powinny znajdować się następujące informacje:

- a. nazwa produktu (mieszanka kobaltowa)
- b. waga
- c. data produkcji, partia i numer raportu
- d. nominalne stężenie kobaltu
- e. kolejny numer opakowania dla danej partii
- f. środki bezpieczeństwa.

Należy zwrócić uwagę na fakt, że wysuszona mieszanka zawierająca kobalt jest do pewnego stopnia higroskopijna. Przy jej wykorzystywaniu zaleca się pracę w suchym otoczeniu oraz możliwie jak najmniejsze wystawienie na działanie powietrza.

#### Pobieranie prób i raportowanie

Podczas pakowania mieszanki kobaltowej pobiera się co najmniej cztery próbki z każdej ujednoliconej partii. Dwie z nich przeznaczone są do ustalenia wilgotności, jedna dla ustalenia rozkładu wielkości cząsteczek, natomiast przynajmniej jedna próbka traktowana jest jako próbka rezerwowa.

Raport dotyczący mieszanki kobaltowej powinien zawierać:

- a. pochodzenie i charakterystykę rozdrobnionej pszenicy
- b. pochodzenie i czystość sześciowodnego chlorku kobaltu
- c. ilość użytego nośnika, soli kobaltowej i wody
- d. średnią wilgotność mieszanki po ujednoliceniu
- e. wyliczony poziom kobaltu w mieszance kobaltowej
- f. rozkład wielkości cząsteczek w mieszance kobaltowej

#### 5.4 Procedura pomiaru przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych przy produkcji mieszanek paszowych, z wykorzystaniem mieszanki kobaltowej

Niniejszy rozdział opisuje kilka alternatywnych procedur dla pomiaru pozostałości produkcyjnych w ramach firmy, przy wykorzystaniu nośnika kobaltu. Są to uproszczone procedury oparte na metodzie opisanej w rozdziale 2.2.

Z jednej strony jest to procedura, w której liczba próbek do pobrania i zbadania może zostać znacznie zmniejszona, do ilości niezbędnej dla przeprowadzenia wiarygodnych pomiarów pozostałości. Ogranicza to w szczególności koszty samych analiz. Firma może oczywiście pobrać i zbadać więcej próbek w celu otrzymania lepszego wglądu w dokładność procesów przeprowadzanych na danym sprzęcie.

Z drugiej strony, wykorzystywane są dwie procedury w których poziom kobaltu jest obniżony odpowiednio 2 lub 4 razy. Ogranicza to problemy wynikające z konieczności właściwego przetworzenia partii paszy do której dodano kobalt. Obniża to jednak czułość tej metody. Bardzo niskie lub stosunkowo niskie poziomy pozostałości (odpowiednio < 3% i < 5%) nie są tą metodą mierzone prawidłowo.

Dla pomiarów pozostałości poprodukcyjnych przeprowadzanych przez samą firmę przy użyciu obniżonych poziomów kobaltu można skorzystać zarówno z metody referencyjnej, o której mowa w rozdziale 2.2, jak i z procedury ze zmniejszoną liczbą próbek, o której wspomniano powyżej.

Dla procedur kontroli opisanych w rozdziałach 2.3.1 i 2.3.2, zamiast mieszanki kobaltowej o której mowa w § 17 rozdziału 2.2 wykorzystywana jest mieszanka oparta na siarczanie kobaltu. Mieszanka oparta na siarczanie kobaltu powinna być przygotowywana według instrukcji standardowych zawartych w rozdziale 2.3.4.

##### 2.3.1 Modyfikacja metody referencyjnej z użyciem kobaltu dla pomiaru przez samą firmę pozostałości poprodukcyjnych równych lub większych od 1 % w produkcji mieszanek paszowych (zmniejszona liczba próbek).

Zarówno metoda referencyjna (patrz rozdział 2.2) jak i niniejsza, zmodyfikowana procedura, mogą być używane do pomiarów przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych wynoszących 1% i więcej, podczas produkcji mieszanek paszowych. Najważniejsza jest tutaj minimalna zawartość kobaltu w mieszance kobaltowej wynosząca 5% oraz wynikająca z niej zawartość wynosząca co najmniej 100 ppm w mieszance paszowej, do której dodawana jest mieszanka kobaltowa.

Niniejszy opis wskazuje gdzie i w jakim względzie metoda referencyjna (rozdział 2.2) może zostać zmodyfikowana do pomiarów przenoszenia pozostałości przeprowadzanych przez samą firmę. W celu uproszczenia stosowana będzie numeracja z rozdziału 2.2. Te części metody referencyjnej, które nie zostaną omówione pozostają teoretycznie bez zmian lub zmieniają się w nich tylko drobne, oczywiste elementy.

## 1. ZAKRES STOSOWANIA

Metoda jest przeznaczona jedynie dla pomiarów przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych dokonywanych przez samą firmę.

## 2. SPRZĘT I NARZĘDZIA

Potrzebne jest przynajmniej 46 zamykanych plastikowych pojemników o wielkości 50 ml lub plastikowe worki na próby o pojemności 1 litra.

## 3. POBIERANIE PRÓB I DALSZE POSTĘPOWANIE Z PRÓBAMI

### 3.1 Pobieranie prób

Poniższy sposób pobierania prób ma zastosowanie w przypadku, gdy część z pobranych próbek i dalsze z nimi postępowanie są dobrowolne, wykorzystywane dla uzyskania dodatkowych informacji.

- a. Po pierwszej partii (bez dodatku kobaltu):
  1. co najmniej 4 próbki w wybranym punkcie kontrolnym dla pomiaru przenoszenia pozostałości. Wskazane pobranie próbek za urządzeniem chłodzącym, w celu ustalenia naturalnego poziomu kobaltu w paszy (KAC1 – KAC4)
  2. co najmniej 4 próbki w tym samym punkcie kontrolnym na badanie poziomu wilgotności (VAC1 – VAC4).
- b. Po drugiej partii (z dodatkiem mieszanki kobaltowej):
  1. co najmniej 10 próbek, tuż za mieszalnikiem i regularnie rozłożonych w czasie całego przepływu partii, w celu określenia średniego poziomu kobaltu (KBM1 – KBM10). Możliwość (dobrowolna) pobrania 20 próbek (patrz paragraf 7.2.3)
  2. co najmniej 4 próbki w tym samym punkcie, celem ustalenia poziomu wilgotności (VBM1 – VBM4)
  3. możliwość (dobrowolna) pobrania 10 próbek w określonym punkcie (punktach) kontrolnych dla pozostałości poprodukcyjnych, celem ustalenia średniego poziomu kobaltu (KBC1 – KBC10).
- c. Po trzeciej partii (partia z przeniesionymi pozostałościami poprodukcyjnymi):
  1. możliwość (dobrowolna) pobrania 10 próbek tuż za mieszalnikiem, regularnie rozłożonych w czasie całego przepływu partii (KCM1 – KCM10).
  2. 20 próbek w punkcie (punktach) kontrolnym dla pozostałości poprodukcyjnych, regularnie rozłożonych w czasie przepływu całej partii, celem ustalenia stopnia przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych (KCC1 – KCC20).
  3. co najmniej 4 próbki w tym samym punkcie, na badanie poziomu wilgotności (VCC1 – VCC4).

### 3.2 Sposób postępowania z próbkami i ich przeznaczenie

Działania techniczne na próbkach (rozdrażnianie, kolejność, etc.) są identyczne jak opisane w rozdziale 2.2. Poniżej opisano przeznaczenie próbek.

- a. Wszystkie próbki pobrane w celu badania na wilgotność pozwalają na skorygowanie wyników zawartości kobaltu o różnice w wilgotności lub ich przeliczenie na suchą masę.
- b. Próbki oznaczone KAC1 – KAC4 są analizowane pojedynczo, dwukrotnie. Ma to ogromne znaczenie, szczególnie dla trzeciej partii, ponieważ poziom kobaltu w partiach drugiej i trzeciej musi być skorygowany o „naturalną” jego zawartość w badanej paszy.

- c. Próbki oznaczone KBM1 – KBM10 mogą służyć dwóm celom. Każda próbka może (jeśli firma tak zdecyduje) zostać rozdzielona na próbkę “a” i próbkę “b” lub, jeśli pobrano 20 próbek zamiast 10 (patrz punkt 7.1.2), mogą one być kolejno wykorzystywane, każda może także być podzielona dla różnych celów.
- d. Istnieje możliwość (dobrowolna) wykorzystania połowy próbek dla określenia jednorodności mieszanki. W tym celu należy przebadać 10 (lub 20) próbek, każdą odrębnie i z duplikatem.
- e. Z drugiej połowy 10 (lub 20) próbek można przygotować mieszankę, która posłuży do ustalenia średniego poziomu kobaltu w drugiej partii. W tym celu, z powstałej mieszanki należy pobrać co najmniej dwie nowe próbki i zbadać w nich poziom kobaltu oraz wilgotność (dwukrotnie – łącznie z duplikatami) Oczywiście, średni poziom kobaltu w partii drugiej może również zostać ustalony poprzez uśrednienie pojedynczych wyników dwukrotnego (próbki i duplikatu) badania każdej z 10 lub 20 próbek.
- f. Wykorzystując próbki oznaczone KBC1 – KBC10 można uzyskać pogląd (jest to dobrowolne) odnośnie utrzymania stopnia jednorodności uzyskanego natychmiast po wymieszaniu (KBM1 – KBM10) w kolejnych etapach produkcji i transportu, aż do punktu kontrolnego dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych. Każda z tych próbek musi być badana osobno i w duplikacie.
- g. Wykorzystując próbki oznaczone KCM1 – KCM10 można ustalić (jest to dobrowolne) stopień przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych dla odcinka linii produkcyjnej kończącego się w punkcie pobierania próbek bezpośrednio za mieszalnikiem. Na potrzeby analizy można dokonać wyboru, czy analizować mieszankę próbek (analiza dwóch próbek, każda z duplikatem, na poziom pozostałości), czy też analizować wszystkie dziesięć próbek pojedynczo, każda z duplikatem (wyniki obrazują rozkład pozostałości i służą do wyliczenia średniej).
- h. Próbki oznaczone KCC1 – KCC20 mogą zostać zmieszane po dwie jednocześnie, a więc KCC1 + 2, KCC3 + 4 itd., po czym dla każdej z 10 nowych próbek i ich duplikatów badany jest poziom kobaltu. Przyjmując, że każda z oryginalnych próbek jest reprezentatywna dla odpowiedniej części danej partii, można bezpośrednio obliczyć średni poziom przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych. Jeśli nie jest to możliwe, na przykład z powodu nieregularnych odstępów czasowych pomiędzy pobieranymi próbkami, należy wyliczyć średnią ważoną uwzględniając rzeczywiste odstępy czasowe.
- i. Możliwe jest również zbadanie każdej z próbek KCC1 – KCC20 oddzielnie i następnie wyliczenie średniej w sposób opisany powyżej.

## 4. PRZETWARZANIE WYNIKÓW

### 4.1 Analiza wariancji

W niniejszym, uproszczonym rozwiązaniu, wykorzystanie wyników do analizy statystycznej jest możliwe w ograniczonym stopniu.

Jeśli w serii pomiarów analizy dokonywane są na dwóch egzemplarzach: próbce i duplikacie, zaleca się w każdym przypadku obliczanie empirycznego współczynnika wariancji pomiędzy powtórzeniami dla danej serii pomiarów wykorzystując do tego analizę wariancji.

Dla serii pomiarów, w których – w idealnym przypadku – uzyskane wyniki są takie same (jednorodność), analiza wariancji musi zostać przeprowadzona, empiryczne współczynniki wariancji obliczone zarówno pomiędzy próbkami, jak i powtórzeniami.

Dotyczy to przede wszystkim serii próbek KAC1, KAC4, jak również KBM1 – KBM10, KCB1 – KCB10 i KCM1 – KCM10, o ile zdecydowano o pojedynczym analizowaniu próbek z tych serii i potrzebie określenia stopnia jednorodności.

### 4.2 Wyliczenie wielkości przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych

Wszystkie wyniki poziomów kobaltu najpierw korygowane na suchą masę za pomocą średnich wyników odpowiednich badań wilgotności. Poziom przenoszenia pozostałości produkcyjnych dla instalacji jest następnie obliczany na bazie skorygowanych wyników, w następujący sposób:

średni poziom kobaltu z 20 próbek KCC z trzeciej partii minus średni poziom kobaltu z 4 próbek KAC z pierwszej partii, dzielone przez średni poziom kobaltu z 10 próbek KBM z drugiej partii pomniejszony również o średni poziom kobaltu z 4 próbek KAC z partii pierwszej. Po pomnożeniu wyniku przez 100 uzyskuje się wyrażoną w procentach średnią wartość pozostałości poprodukcyjnych w partii następującej zaraz po partii do której dodano mieszankę kobaltową. Wartość ta stanowi model dla premixu zawierającego dodatki.

Przedstawiając w formie graficznej wyniki analizy kobaltu dla próbek KCC1 – KCC20 (skorygowane o średnią z KAC1 – KAC4) otrzymuje się obraz przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych, który daje zasadniczo więcej informacji niż wyliczona średnia.

#### 4.2.1 Modyfikacja metod pomiaru z użyciem kobaltu dla badań pozostałości poprodukcyjnych przy produkcji mieszanek paszowych równych lub większych od 3% prowadzonych przez samą firmę.

Dla pomiarów przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych wynoszących 3% i więcej, przeprowadzanych przez samą firmę, należy wykorzystać procedurę testową opisaną w rozdziale 2.2 lub zmodyfikowaną procedurę opisaną w rozdziale 2.3.1. Zawartość kobaltu w mieszance powinna być zgodna z informacjami zawartymi w paragrafie 2 rozdziału 2.2, na poziomie przynajmniej 2.5%. Dzięki temu podczas przeprowadzania procedury testowej uzyskuje się poziom około 50mg/kg w paszy z drugiej partii.

#### 4.2.2 Modyfikacja metod pomiaru z użyciem kobaltu dla pozostałości poprodukcyjnych wynoszących 5% i więcej przy obróbce mieszanek paszowych

Dla pomiarów przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych wynoszących 5% i więcej, przeprowadzanych przez samą firmę, należy wykorzystać procedurę testową opisaną w rozdziale 2.2 lub zmodyfikowaną procedurę opisaną powyżej, w

rozdziale 2.3.1. Zawartość kobaltu w mieszance powinna wynosić, zgodnie z informacjami zawartymi w paragrafie 2 rozdziału 2.2, przynajmniej 1,25%. Dzięki temu podczas przeprowadzania procedury testowej uzyskuje się poziom około 25 mg/kg w paszy z drugiej partii.

### Literature

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

### 4.2.3 Standardowa instrukcja przygotowania mieszanki siarczanu kobaltu do pomiarów pozostałości poprodukcyjnych przez firmę.

#### Wstęp

Mieszanka kobaltowa przeznaczona do przeprowadzania procedury testowej powstaje z suchego zmieszania rozdrobnionej pszenicy, mieszanki paszowej pszenicznych produktów ubocznych (wheat red dog) i siarczanu kobaltu. Zapewnia to właściwe rozprowadzenie kobaltu w całej mieszance oraz sprawia, że mieszanka kobaltowa nie różni się znacząco od mieszanki paszowej pod względem cech charakterystycznych

#### Składniki

- a. Rozdrobniona pszenica i mieszanka pszenicznych produktów ubocznych (wheat red dog), o znanej jakości, jako nośnik
- b. Siedmiowodny siarczan kobaltu, o czystości minimum 98%

#### Sprzęt

Sprzęt do mieszania nadający się do suchych produktów, na przykład mieszalnik Planet.

Potrzebne są również między innymi odpowiednie wagi do ważenia składników.

#### Środki bezpieczeństwa

Podczas pracy z kobaltem należy chronić usta i nos oraz używać rękawic z materiału syntetycznego.

#### Przygotowanie mieszanki kobaltowej

Należy odważyć wymagane ilości siedmiowodnego siarczanu kobaltu, rozdrobnionej pszenicy oraz mieszanki pszenicznych produktów ubocznych (wheat red dog).

Zważone ilości należy mieszać przez 15 minut w mieszalniku Planet. Następnie mieszankę rozważyć do szczelnie zamykanych pojemników o pojemności 2kg.

Na opakowaniu powinny znajdować się następujące informacje:

- a. nazwa i kod produktu (mieszanka kobaltowa)
- b. waga netto w kilogramach
- c. data produkcji
- d. nominalne stężenie kobaltu
- e. kolejny numer opakowania dla danej partii
- f. środki bezpieczeństwa

Zamknięte pojemniki należy przechowywać w klimatyzowanych pomieszczeniach. Otwierać opakowanie bezpośrednio przed użyciem.

Mieszanka kobaltowa powinna odpowiadać następującym wymaganiom:

- a. rozmiar cząsteczek: maksymalnie 1% > 0.7mm; maksymalnie 10% > 0.5mm
- b. zawartość kobaltu: co najmniej 4.5%

Pobieranie próbek i sporządzanie raportów

Z każdej ujednoliconej partii mieszanki kobaltowej należy pobrać 4 próbki podczas pakowania mieszanki. Jedna z próbek przeznaczona jest do ustalenia wilgotności, druga do ustalenia rozkładu wielkości cząsteczek, kolejna dla określenia poziomu zawartości kobaltu, a ostatnia pozostaje jako próbka rezerwowa.

Raport z przygotowania mieszanki kobaltowej powinien zawierać:

- a. pochodzenie i charakterystykę rozdrobnionej pszenicy
- b. pochodzenie i charakterystykę mieszanki pszenicznych produktów ubocznych (wheat red dog)
- c. pochodzenie siedmiowodnego siarczanu kobaltu
- d. ilość użytego nośnika i soli kobaltowej
- e. wilgotność mieszanki po homogenizacji
- f. wyliczony poziom kobaltu w mieszance kobaltowej
- g. zbadany poziom kobaltu w mieszance kobaltowej
- h. rozkład wielkości cząstek w mieszance kobaltowej



## 5.5. Procedura ustalania poziomu pozostałości poprodukcyjnych w produkcji mieszanek paszowych, przy użyciu mieszanki manganu i mieszanki wysokobiałkowej oraz niskobiałkowej

### 1. ZAKRES STOSOWANIA

Niniejsza procedura została opracowana w celu ustalania poziomów przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych, które występują przy produkcji mieszanek paszowych. Wielkość pozostałości poprodukcyjnych jest określana osobno dla składników ze sprzętu odmierzającego partie surowców oraz dla składników dodawanych poprzez premiksy.

Dzięki gromadzeniu próbek pobranych w celu kontroli stopnia pozostałości poprodukcyjnych w różnych miejscach procesu produkcyjnego, można uzyskać obraz wielkości tych pozostałości dla różnych etapów procesu produkcji (na przykład: rozdrabnianie / linia mieszania aż do zbiornika na sprasowaną paszę lub linia prasowania / linia chłodzenia). Metoda nadaje się również do określania stopnia jednorodności mieszanek produkowanych w danej instalacji. (patrz punkt 9).

### 2. DEFINICJE

#### Pozostałości poprodukcyjne

Pozostałości poprodukcyjne to część poprzedniej partii paszy pozostająca w urządzeniach produkcyjnych i transportowych, która może przedostawać się do następnych partii paszy.

#### Poziom pozostałości poprodukcyjnych

Poziom pozostałości poprodukcyjnych jest to ilość składnika paszowego z poprzedniej partii, wyrażona w procentach, która zostaje przeniesiona bezpośrednio do następnej partii paszy (o tej samej wielkości). Poziom przenoszenia pozostałości może zostać zmierzony dla części instalacji (na przykład dla zbiorników na mączkę sprasowaną), lub dla całej instalacji.

### 3. ZASADY PROCEDURY POMIARU

Procedura pomiaru pozostałości polega na wyprodukowaniu na tej samej linii produkcyjnej kolejno: mieszanki sojowej wysokobiałkowej bogatej w mangan i bezpośrednio po niej mieszanki niskobiałkowej i ubogiej w mangan. Wzrost zawartości białka i manganu w mieszance kukurydzianej w trakcie produkcji jest spowodowany przeniesieniem pozostałości poprodukcyjnych z pierwszej partii. Porównując ten wzrost z poziomami zawartości białka i manganu w mieszance sojowej można obliczyć poziom przenoszenia pozostałości.

Ze względu na to, że zawartość białka i manganu w mieszance kukurydzianej przebiega hiperbolicznie (z wysokich poziomów na początku strumienia przepływu produkcji do niższych poziomów w dalszej części), szczególną uwagę należy zwrócić na procedurę pobierania próbek.

### 4. SPRZĘT I NARZĘDZIA

Do przeprowadzenia procedury pomiaru niezbędne są:

- a. ilość tlenku manganu odpowiadająca 0.4% wielkości zwyczajowej partii produkcyjnej
- b. próbobiornik w kształcie łyżki do poboru próbek (w miarę możliwości)
- c. dwa pojemniki na próbki wstępne
- d. pojemniki lub torebki na próbki o pojemności co najmniej 200 gramów. Jeśli pomiar poziomu przenoszenia pozostałości jest przeprowadzany w dwóch miejscach na linii produkcyjnej, zazwyczaj wystarcza 20 pojemników na próbki (w rzeczywistości zbadane zostanie tylko 14 próbek).

## 5. WYMAGANE DANE DOTYCZĄCE FIRMY

Firma, w której jest przeprowadzany pomiar musi udostępnić następujące dane:

- a. schemat blokowy instalacji produkcyjnej
- b. sposób przygotowywania mieszanki sojowej i kukurydzianej. Należy dokładnie wskazać jak i gdzie dodawany jest tlenek manganu oraz w jaki sposób jest płukany system podawania tlenu manganu do mieszalnika dla obu mieszanek (sojowej i kukurydzianej).

## 6. WDROŻENIE PROCEDURY POMIARU

### 6.1.a. Przygotowanie mieszanki sojowej wysokobiałkowej bogatej w mangan

Mieszanka sojowa (o wielkości typowej partii) składa się z 92% śruty sojowej, 4% tłuszczu, 3% melasy trzcinowej, 0.4% tlenu manganu oraz 0.8% fosforanu dwuwapniowego (lub kredy albo soli). Mieszanka jest rozdrabniana, mieszana i granulowana w zwyczajowy sposób. Po dodaniu melasy i tłuszczu uzyskuje się paszę o typowych cechach charakterystycznych, dającą się właściwie granulować. Śruta sojowa może pochodzić z więcej niż jednego zbiornika.

Tlenek manganu dodawany jest zamiast premiksu i powinien zostać poddany tym samym operacjom co premiks. Tlenek manganu jest więc porcjowany i podawany do urządzenia odważającego premiksy lub do automatycznego Porcjowanie powinno być przeprowadzane w taki sposób, by tlenek manganu dotarł prawie w całości do spodu urządzenia ważącego premiksy lub podajnika automatycznego.

Tlenek manganu powinien spełniać następujące wymagania:

- a. poziom manganu co najmniej 50%
- b. rozmiar cząsteczek: 100% powinno być mniejszych niż 0.2 mm.

Zazwyczaj, kreda, sól i/lub fosforan paszowy są porcjowane za pomocą tych samych urządzeń odważających lub podajnika automatycznego. Ze względu na to, przenoszenie pozostałości składników z premiksu będzie mniejsze, szczególnie gdy najpierw jest odmierzany prefiks, a dopiero później kolejne produkty.

Dla procedury pomiaru najpierw odmierza się 0.4% tlenu manganu a następnie 0.8% kredy, fosforanu paszowego lub soli.

Kiedy zawartość urządzenia do odważania premiksów (lub podajnika automatycznego) zostanie dodana do mieszanki sojowej znajdującej się w mieszalniku, należy przeprowadzić zwyczajowe mieszanie. Następnie usuwa się mieszankę umieszczając ją w pustym zbiorniku do prasowania paszy i granuluje (próbka).

Po przygotowaniu mieszanki sojowej, linia mielenia / mieszania oraz prasowania / chłodzenia mogą być wykorzystane jedynie do mieszanki kukurydzianej.

### 6.1.b. Pobieranie próbek mieszanki sojowej

Podczas przemieszczania granulowanej mieszanki sojowej do zbiornika na produkt końcowy należy pobrać dużą próbkę mieszanki z ostatniej części partii.

### 6.2.a. Przygotowanie mieszanki kukurydzianej niskobiałkowej, ubogiej w mangan

Mieszanka kukurydziana (wielkość partii identyczna jak dla mieszanki sojowej) składa się z 92% kukurydzy, 4% tłuszczu, 3% melasy trzcinowej oraz 0.8% fosforanu dwuwapniowego (lub kredy albo soli). Jeśli nie jest możliwe uzyskanie zawartości kukurydzy na poziomie 92%, można sporządzić mieszankę kukurydzy/pszenicy lub inną ubogą w białko (próbka).

System transportu pomiędzy urządzeniem ważącym premiksi (lub podajnikiem automatycznym) a mieszalnikiem należy przepłukać 0.8% fosforanem dwuwapniowym (lub solą albo kredą).

Czas mieszania liczy się od momentu dodania fosforanu paszowego do mieszanki. Następnie usuwa się mieszankę umieszczając ją w (pustym) zbiorniku do prasowania paszy (próbka) i granuluje (próbka).

#### 6.2.b. Pobieranie próbek mieszanki kukurydzianej

Należy pobrać następujące próby mieszanki kukurydzianej:

- a. kukurydzy (i ewentualnie pszenicy) użytych do przygotowania mieszanki
- b. sześć próbek mieszanki kukurydzianej przy wlocie do zbiornika do prasowania paszy
- c. sześć próbek mieszanki przy wlocie do zbiornika produktu końcowego.

Procedura pobierania próbek jest istotna dla próbek w II i III. W szczególności, pierwsza część mączki lub granulek z partii będzie miała wyższy poziom białka i manganu, które następnie będą stosunkowo szybko spadać do niższego, bardziej stabilnego poziomu. Dlatego istotne jest, by pobierać próbki z pierwszej części mączki lub granulek z dużą częstotliwością oraz wiedzieć z której części paszy pochodzą dane próbki.

Procedura pobierania próbek w miejscu wlotu do zbiornika prasującego paszę (trwająca zazwyczaj 3 do 5 minut) jest następująca:

- a. podczas pierwszych 30 sekund należy pobrać jak najwięcej próbek pierwotnych, z nich, po wymieszaniu, sporządzana jest następnie jedna próbka
- b. w drugich 30 sekund: tak samo
- c. następnie co 30 sekund pobierana jest losowo próbka ze strumienia przepływu paszy aż do jego zakończenia

Należy zanotować ogólny czas przepływu partii paszy i zachować 6 próbek, czyli trzy próbki pobrane jako pierwsze oraz trzy spośród pozostałych

Pobieranie próbek granulatu przy wlocie do zbiornika produktu końcowego odbywa się w taki sam sposób. Ze względu na to, że ogólny czas trwania jest zwykle nieco dłuższy, procedura jest następująca:

- a. podczas pierwszej minuty należy pobrać jak najwięcej próbek pierwotnych, z nich sporządzana jest następnie jedna próbka
- b. podczas kolejnej minuty: tak samo
- c. następnie co kolejną minutę pobierana jest losowa próbka aż do momentu gdy przepływ granulek zakończy się.
- d. (jeśli przepływ granulek nie jest ciągły, należy liczyć "rzeczywisty" czas trwania).

Należy zanotować ogólny czas przepływu i zachować 6 próbek, czyli trzy próbki pobrane jako pierwsze oraz trzy spośród pozostałych.

#### 6.3 Przetwarzanie wykorzystanej do pomiaru mieszanki sojowej w mieszance paszowej

Przy niskich poziomach pozostałości poprodukcyjnych poziom manganu w mieszance sojowej wynosi około 2.000 mg/kg. Podczas przetwarzania takiej mieszanki sojowej w mieszance paszowej należy zwrócić uwagę na fakt, że poziom manganu w mieszance paszowej może wynosić maksymalnie 250 mg/kg.

**7. ANALIZA PRÓBEK**

Łącznie zabezpieczono 14 (ewentualnie 15) próbek:

1 próbka peletów sojowych (+ Mn)	= A
1 próbka kukurydzy (+ ewentualnie pszenicy)	= B
6 próbek mieszanki kukurydzianej (ze zbiornika do prasowania paszy)	= C (1 to 6)
6 próbek mieszanki kukurydzianej (ze zbiornika na produkt końcowy)	= D (1 to 6)

Wszystkie próbki badane są analizowane na zawartość RE i Mn.

Połowa próbek mączki mieszanki kukurydzianej oraz granulowanej mieszanki kukurydzianej analizowana jest pod kątem ich wilgotności w celu ustalenia czy poziom wilgotności zmienił się podczas procesu granulowania. Jeśli poziom wilgotności zmienił się wyraźnie podczas granulowania, poziomy RE i Mn granulowanej mieszanki kukurydzianej powinny zostać poddane korekcie zgodnie z poziomem wilgotności w mączce mieszanki kukurydzianej.

**8. OBLICZENIE PROCENTOWYCH WARTOŚCI POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH**

Procentowy poziom pozostałości poprodukcyjnych może być wyliczony z poziomów RE i Mn w pobranych próbkach. Zakładając, że w badaniach uzyskano następujące poziomy:

Pelety sojowe: 420 gramów RE oraz 2,006 mg Mn/kg  
Czysta kukurydza: 86 gramów RE oraz 4 mg Mn/kg  
próbki mieszanki kukurydzianej (powyżej komory na sprasowana mączkę)

1.	mieszanka próbek (0.5 min.)	160 gramów RE	i	400 mg Mn/kg
2.	mieszanka próbek (0.5 min.)	100 gramów RE	i	60 mg Mn/kg
3.	próbka losowa	90 gram	i	27 mg
4.	próbka losowa	85 gram (śr. 88)	i	30 mg (śr. 28)
5.	próbka losowa	88 gram	i	28 mg
6.	próbka losowa	89 gram	i	27 mg

Łączny czas trwania przepływu paszy do komory na sprasowana mączkę = 5.5 min.

Oczekiwane poziomy dla mieszanki kukurydzianej (92% kukurydzy i 3% melasy z 40 gramami RE i 25 mg Mn/kg):

$$\begin{aligned} \text{RE} &= 0,92^* \cdot 86 + 0,03^* \cdot 40 = 80,3 \text{ gram/kg} \\ \text{Mn} &= 0,92^* \cdot 4 + 0,03^* \cdot 25 = 4,4 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

Średnie poziomy RE i Mn w mieszance kukurydzianej oblicza się następująco:

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

(pobieranie każdej z próbek 1 i 2 trwało 0.5 minuty z całego czasu trwania wynoszącego 5.5 minuty).

Dla próbek od 3 do 6 oblicza się poziom średni, czas trwania wynosi 5.5 – 2 x 0.5 = 4.5 minuty).

Procent pozostałości poprodukcyjnych (Vs-%) można teraz obliczyć według następującego wzoru:

$$\text{Vs-\%} = \frac{\text{śr. poziom w miesz.kukurydzianej} - \text{oczekiwany poziom w miesz.kukurydzianej}}{\text{śr. poziom w peletach sojowych} - \text{oczekiwany poziom w mieszance kukurydzianej}} \times 100$$

Poziomy pozostałości poprodukcyjnych wynoszą zatem (aż do zbiornika na sprasowaną mączkę)

$$\text{dla RE} = \frac{95,6 - 80,3}{420 - 80,3} \times 100 = \frac{1.530}{339,7} = 4.5\%$$

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

Poziomy procentowe pozostałości przy wlocie do komory na gotowy produkt są obliczane w ten sam sposób.

Procent pozostałości dla RE odnosi się do samej paszy, z urządzeń porcjujących.

Procent pozostałości dla Mn daje indykację odnośnie pozostałości składników premiksu.

## 9. POMIAR JEDNORODNOŚCI

Dla określenia w jakim stopniu instalacja wytwarza mieszanki jednorodne należy pobrać co najmniej 10 próbek z mieszanki sojowej bogatej w Mn i zbadać je na obecność Mn. Rozpiętość poziomów Mn w tych próbkach (odchylenie standardowe lub różnica między poziomem najwyższym a najniższym) jest miarą jednorodności.

W trakcie pobierania próbek z mieszanki sojowej należy się upewnić, że pobrano próbki z całego strumienia przepływu paszy. Ponieważ często nie wiadomo ile potrwa przepływ mieszanki, wskazane jest pobranie dużej liczby próbek, a poddanie analizie tylko ich części (konkretnie 10).

Badanie jednorodności może być wykonywane w różnych miejscach instalacji produkcyjnej. Jeśli próbki są pobrane tuż za mieszalnikiem, dają dobry obraz pracy mieszalnika.

Jeśli jednak próbki są pobrane w innych częściach instalacji (ale za mieszalnikiem), jednorodność będzie generalnie niższa od stwierdzonej tuż za mieszalnikiem.

Dzieje się tak z powodu rozdzielania się mieszanki oraz wpływu pozostałości poprodukcyjnych. Jako że mieszanka sojowa bogata w Mn jest zawsze produkowana po „normalnej” mieszance paszowej, pierwsze próbki mieszanki sojowej będą zanieczyszczone pewną ilością mieszanki paszowej i stąd będą zawierać mniej Mn. Kolejne próbki będą zanieczyszczone mieszanką paszową w coraz mniejszym stopniu, a poziom Mn będzie w nich wzrastał.

## 10. OMÓWIENIE BŁĘDÓW

Tabela 1 pokazuje oczekiwane poziomy Mn i białka w mieszance kukurydzianej dla różnych procentów pozostałości poprodukcyjnych, przy założeniu 80 gramów RE i 5 mg Mn/kg dla mieszanki kukurydzianej (czystej) oraz 400 gramów RE i 1,800 mg Mn/kg dla mieszanki sojowej.

<b>Tabela 1 Wpływ pozostałości poprodukcyjnych na poziomy Mn oraz białka w mieszance kukurydzianej.</b>						
Pozostałości %	0	1	3	5	10	15
MN z paszy podstawowej*	5	5	5	5	5	5
Z soi	0	18	54	92	180	270
	5	23	59	95	185	275
* zdyskontowane o efekt rozdrobnienia						
RE z paszy podstawowej	80	79,2	77,6	76	72	68
Z soi Soya	0	4	12	20	40	60
	80	83,2	89,6	96	112	128

Na podstawie analizy dokładności pomiarów Mn i RE można oszacować dokładność pomiaru procentu pozostałości poprodukcyjnych.

Dla 6 przewidzianych do badania próbek kukurydzy szacuje się, że poziom Mn w 95% przypadków będzie pomiędzy 95 a 105% poziomu faktycznego; dla poziomów < 60 mg/kg przedział w wymiarze bezwzględny jest równy przedziałowi dla 60 mg/kg, czyli wynosi +/- 3 mg/kg.

Dla mieszanki sojowej szacuje się, że poziom Mn ustalony przez analizę będzie się różnić o maksimum 100 mg/kg od poziomu faktycznego.

Dla białka szacuje się, że średni poziom stwierdzony w 6 próbkach kukurydzy będzie w 95% przypadków pomiędzy 99 a 101% poziomu faktycznego, a poziom szacowany w mieszance sojowej będzie odbiegać o maksimum 2% od poziomu faktycznego.

Wyniki obliczeń znajdują się w Tabeli 2.

Można wnioskować, że niski poziom przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych może być oznaczony z dużą dokładnością. Dla niskich poziomów pozostałości Mn wydaje się wykazywać lepszą zgodność niż RE, z drugiej strony, białko daje lepsze wyniki niż Mn.

<b>Tabela 2: Wyniki analizy dokładności pomiaru procentowego pozostałości poprodukcyjnych</b>				
Poziom pozostałości poprodukcyjnych		Mieszanka kukurydziana		
		Wyliczenie	Przedział analizy	Procent pozostałości*
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
Na bazie mieszanki sojowej z 1800 mg Mn/kg (wariancja 1700-1900, przy niskim Mn w kukurydzy wylicza się wysoki Mn w soi, i vice versa).				
		Wyliczenie	Przedział analizy	Procent pozostałości %*
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
Na bazie mieszanki sojowej z 400 g RE/kg (wariancja 392-408, przy niskim RE w kukurydzy wylicza się wysoki poziom RE w soi, i vice versa).				



## 5.6 Procedura pomiaru pozostałości poprodukcyjnych w instalacjach dla premiksów i dodatków do pasz

### 1. SYSTEM

Metoda mierzenia poziomu pozostałości poprodukcyjnych dla premiksów i dodatków do pasz odpowiada systematycznie opisanej w rozdziałach od 2.2 do 2.4.

### 2. PROCES PRZENOSZENIA POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH

- a. Pomiar pozostałości poprodukcyjnych dotyczy punktu, w którym dodatki do pasz lub weterynaryjne produkty lecznicze są dodawane do pasz luzem lub przy workowaniu.
- b. Pomiaru należy dokonać oddzielnie dla każdej linii produkcyjnej w instalacji.
- c. Pomiar powinien być przeprowadzony na ilości mieszanki równej najmniejszej partii, jaka może być w praktyce wyprodukowana na danej linii.

### 3. UŻYWANA SUBSTANCJA ZNACZNIKOWA

Do pomiaru pozostałości poprodukcyjnych używa się następującej substancji znacznikowej:

mieszanka kobaltowa opisana w rozdziałach 2.2 lub 2.3.4 ze stężeniem kobaltu co najmniej 200 mg/kg. Przy stężeniach kobaltu równych 2,000 mg/kg lub wyższych, można również użyć czystego siarczanu kobaltu. Ponadto, można używać mikroznaczników FSS-Lake i F-Lake oraz fioletu metyloвого w dawce 10 mg/kg. W pozostałych kwestiach obowiązują instrukcje zawarte w rozdziale 2.3.4.

### 4. OKREŚLENIE POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH

Pomiar polega na zbadaniu całej mieszanki, do której przenoszą się pozostałości poprodukcyjne. Oznacza to, że punktem wyjścia jest średni poziom pozostałości w tej mieszance. Pozostałości poprodukcyjne ustala się poprzez:

- a. ponownie wymieszanie całej mieszanki
- b. pobranie i zbadanie 5 próbek mieszanki (V1 do V6) i wyliczenie średniego poziomu na tej podstawie
- c. poziom pozostałości poprodukcyjnych należy wyliczyć według wzoru:

$$\frac{\text{(średnia ilość w mieszance, w której występują pozostałości)}}{\text{(poziom w poprzedniej mieszance, z której pochodzą pozostałości)}} \times 100\%$$



## 5.7 Procedura kontroli dokładności procesu produkcji mieszanek paszowych z użyciem mikroznaczników

### 1. ZAKRES STOSOWANIA

Niniejsza procedura kontroli lub metoda określania jednorodności mączki i granulatu może być stosowana do typowych premiksów lub mieszanek rozdrobnionych surowców paszowych w przedsiębiorstwach produkujących mieszanki paszowe.

Metoda pozwala również na indykacyjne oznaczenie procentu pozostałości poprodukcyjnych w surowcach do produkcji mieszanek paszowych.

### 2. DEFINICJE

**Zakład produkcyjny:** Zakład produkcyjny to instalacja, która jest przystosowana do produkcji mieszanek paszowych.

**Mieszanka z mikroznacznikiem:** Mieszanka z mikroznacznikiem do badania mieszanek paszowych zawiera 4 kg wapna paszowego lub rozdrobnionej pszenicy oraz 100 g mikroznacznika. Następnie 100 g mikroznacznika jest mieszane z 1 t mieszanki paszowej, co odpowiada dokładności mieszania 1:10 000. Do badania premiksów mieszanka z mikroznacznikiem zawiera 4 kg wapna paszowego lub rozdrobnionej pszenicy oraz 10 g mikroznacznika. Zatem 10 g mikroznacznika jest mieszane z 1 t mieszanki paszowej, co odpowiada dokładności mieszania 1:100 000.

### 3. ZASADY

Tak zwane mikroznaczniki służą jako substancja pomiarowa. Są to elementarne cząstki żelaza pokryte barwnikiem paszowym po to, aby umożliwić policzenie kolorowych punktów w czasie analizy. W świadectwie analizy podaje się średnią liczbę cząstek użytego mikroznacznika na 1 mg. Ilość cząstek mikroznacznika zależy od ich dystrybucji, stąd średnia liczba cząstek jest różna w zależności od partii mikroznacznika. Dla określenia liczby cząstek w badaniu, przygotowuje się mieszankę z mikroznacznikiem, w której średnia liczba cząstek użytego mikroznacznika jest dokładnie określona (patrz punkt 17).

Do celów badania jednorodności oraz pomiaru pozostałości poprodukcyjnych nadają się dwa różne mikroznaczniki. Różnią się one od siebie rozmiarem cząstek i, co za tym idzie, liczbą cząstek na mg. Mikroznacznik F składa się z cząstek o rozmiarach w przedziale 150 – 300 µm i jest używany w przemyśle paszowym już od pewnego czasu. Nieco drobniejszy mikroznacznik FSS o rozmiarze cząstek w zakresie 75 – 150 µm został opracowany specjalnie dla pasz dla drobiu w celu obniżenia ilości paszy używanej do badań.

Wymagana dokładność pomiaru pozostałości poprodukcyjnych wynosząca 1% jest osiągnięta przy użyciu obu mikroznaczników: F oraz FSS. Dla osiągnięcia statystycznie dokładnej oceny, konieczna jest obecność minimum 15 cząstek na filtr. Jedynie wtedy można prawidłowo określić jednorodność pierwszej partii produkcyjnej.

Metoda	Średnia liczba cząstek w miligramie [mg]	Ilość testowa do badania homogeniczności [g]	Średnia oczekiwana liczba cząstek w ilości testowej	Ilość testowa do określenia pozostałości poprodukcyjnych [g]	Dokładność badania pozostałości i poprodukcyjnych w %	Średnia oczekiwana liczba cząstek w ilości testowej
FSS-Lake 100 ppm	200	2	40	200	1	40
F-Lake 100 ppm	25	20	50	2000	1	50
FSS-Lake 10 ppm	200	25	50	2500	1	50

Tabela 1:

Procedura pomiaru stopnia jednorodności mieszanek mączki do produkcji mieszanek paszowych wykorzystuje mieszanę z mikroznacznikiem, która dzięki swym właściwościom może zastąpić typowe dodatki paszowe.

Procedura kontrolna obejmuje przetworzenie dwóch partii tej samej mieszanki paszowej. Mieszanka z mikroznacznikiem (patrz punkt 2) jest dodawana do pierwszej partii. Następnie oznacza się liczbę cząstek w próbkach mączki i granulatu z pierwszej partii. Druga przetwarzana partia składa się z samej mieszanki paszowej, bez dodatku mieszanki z mikroznacznikiem. Dla tej partii również oznacza się poziom mikroznacznika w mączce i granulacie. Poziom ten obrazuje stopień przeniesienia pozostałości poprodukcyjnych występujący w danej instalacji produkcyjnej.

Liczba cząstek mikroznacznika w pobranych próbkach jest oznaczana poprzez oddzielenie cząstek mikroznacznika od cząstek paszy za pomocą detektora rotacyjnego i przez użycie barwnika paszowego, aby uwidocznic pojedyncze cząstki mikroznacznika na arkuszu papieru filtracyjnego.

#### 4. SPRZĘT I NARZĘDZIA

Do przeprowadzenia procedury pomiaru potrzebne są:

- 40 plastikowych woreczków na próbki mączki i granulatu, o pojemności dwukrotnie większej niż wielkość próbki (patrz tabela 2)
- 40 plastikowych woreczków na próbki mączki i granulatu, o pojemności dwukrotnie większej niż wielkość próbki (patrz tabela 2)
- Jedna mała i jedna duża plastikowa łyżka do pobierania próbek.

Taka liczba woreczków jest potrzebna jeśli w zakładzie produkcyjnym pobiera się w jednym miejscu instalacji produkcyjnej próbki mączki, a w innym miejscu próbki granulatu. Dla każdego dodatkowego miejsca pobierania próbek potrzeba kolejnych 40 woreczków.

Metoda	Wielkość próbek pobieranych z partii 1 na badanie homogeniczności	Wielkość próbek pobieranych z partii 2 na oznaczenie pozostałości poprodukcyjnych
FSS-Lake 100 ppm	≥ 4 g	≥ 400 g
F-Lake 100 ppm	≥ 40 g	≥ 4,000 g
FSS-Lake 10 ppm	≥ 50 g	≥ 5,000 g

Tabela 2:

Należy wybrać laboratorium, które może przeprowadzić analizę z mikroznacznikiem. Odpowiednio wcześniej trzeba zlecić laboratorium potrzebne analizy, tak aby mogły one zostać przeprowadzone jak najszybciej po pobraniu próbek.

## 5. WYMAGANE INFORMACJE O FIRMIE

Przed rozpoczęciem kontroli należy uzyskać od firmy produkującej mieszanki paszowe następujące informacje:

- a. Schemat blokowy instalacji produkcyjnej, na którym w trakcie przeprowadzania procedury kontroli zaznacza się miejsce, gdzie dodano mieszankę z mikroznacznikiem oraz miejsca pobrania próbek.

W trakcie kontroli niezbędne są następujące informacje:

- b. Wydruk z komputera lub jego kopia zawierająca:
  1. skład mieszanki paszowej
  2. wymagana waga partii zgodnie z danymi komputerowymi, oraz
  3. faktyczna waga partii
 lub, jeśli linia nie jest skomputeryzowana:
  4. skład mieszanki paszowej
  5. wyliczona waga partii. Wagę tę oblicza się sumując wagi składników
  6. odczyt faktycznej wagi partii.

W celu obliczenia wagi partii dla mieszalnika i urządzenia granulującego potrzebne są następujące dane:

- c. miejsce i ilość melasy, wniasy lub innych płynnych składników dodawanych do głównego strumienia, oraz
- d. miejsce i ilość tłuszczów itp. dodawanych do głównego strumienia paszy.  
Punkty dodawania tych składników należy zaznaczyć na schemacie blokowym.

## 6. DODAWANIE MIESZANKI Z MIKROZNACZNIKIEM

Mieszanka z mikroznacznikiem (patrz punkt 2) jest dodawana do pierwszej partii paszy. Miejsce dodania mikroznacznika zależy od przebiegu ścieżki pozostałości poprodukcyjnych, które mają być zmierzone (patrz 7.1) Miejsce dodania mieszanki z mikroznacznikiem należy zaznaczyć na schemacie blokowym zakładu produkcyjnego. Do celów kontroli przyjmuje się wagę partii zgodną z wyliczoną przez komputer.

## 7. POBIERANIE PRÓBEK I DALSZE POSTĘPOWANIE Z PRÓBKAMI

### 7.1 Próbki do analizy

#### 7.1.1 Pobieranie próbek

W trakcie kontroli w firmie produkującej mieszanki paszowe pobierane są próbki w ustalonych wcześniej miejscach na linii produkcyjnej:

- a. Po mieszalniku, ale jak najbliżej tego urządzenia (patrz punkt 13.1)
- b. Przy wlocie do zbiornika na produkt gotowy w przypadku produkcji mączki lub zbiornika na sprasowaną mączkę
- c. Przy wlocie do zbiornika na produkt gotowy przy produkcji granulatu
- d. W innych miejscach niezbędnych do określenia poziomu pozostałości produkcyjnych

Jeśli nie ma dostępu do przepływu mączki lub granulatu w wymaganych miejscach, należy, w porozumieniu z firmą, wykonać odpowiednie otwory.

Z każdego punktu należy pobrać dwadzieścia próbek. Dokładność statystyczna rośnie w miarę zwiększania liczby próbek. Zwiększenie liczby próbek z 30 do 40 jest jednak dobrowolne.

#### **Produkcja mączki**

Z pierwszej partii należy pobrać 20 próbek mączki (tuż za mieszalnikiem) oraz 20 próbek mączki (przy wlocie do zbiornika na gotowy produkt). Próby służą do analizy na poziom zawartości mikroznacznika (wielkość próbek – patrz tabela 2).

Z drugiej partii należy pobrać 20 próbek mączki (tuż za mieszalnikiem) oraz 20 próbek granulatu (przy wlocie do zbiornika na gotowy produkt). Te próbki również będą analizowane na poziom zawartości mikroznacznika (wielkość próbek wg tabeli 2).

#### **Produkcja granulatu**

Z pierwszej partii należy pobrać 20 próbek mączki (tuż za mieszalnikiem) oraz 20 próbek mączki (przy wlocie do zbiornika na gotowy produkt). Próby posłużą do analizy na poziom zawartości mikroznacznika.

Z drugiej partii należy pobrać 20 próbek mączki (tuż za mieszalnikiem) oraz 20 próbek granulatu (przy wlocie do zbiornika na gotowy produkt). Te próbki również będą analizowane na poziom zawartości mikroznacznika (wielkość próbek wg tabeli 2).

Jeżeli potrzebny jest rozdział pomiaru pozostałości produkcyjnych dla dozownika/śrutownika/mieszalnika/ oraz linii prasującej, należy w pierwszej i drugiej partii pobrać dodatkowo po 20 próbek mączki przy wlocie do zbiornika na sprasowaną mączkę, do analizy mikroznacznika. Metoda działania jest identyczna jak dla produkcji mączki.

#### **Woreczki na próby**

Woreczki na próby, oznaczone kodem próbki, są dostarczane przed rozpoczęciem produkcji pierwszej partii. Woreczki powinny być napełnione po brzegi, szczelnie zamknięte i zaplombowane, aby maksymalnie zapobiegać rozdzieleniu się mieszanki (w przypadku próbek mączki).

**Pobieranie próbek**

- a. Partia produkcyjna: Po rozpoczęciu przepływu mączki i/lub granulatu, z badanej partii produkcyjnej należy pobrać 20 próbek mączki i 20 próbek granulatu równomiernie w czasie trwania przepływu całej partii.
- b. Partia produkcyjna: Z uwagi na spodziewany nierównomierny rozkład cząstek mikroznacznika w pozostałościach poprodukcyjnych (bardzo wysoka liczba na początku, a niska na końcu partii) pobieranie próbek odbywa się w inny sposób. Pierwsze trzy próbki są pobierane w sposób ciągły do dużych pojemników. Pierwsza próbka jest pobierana z przepływu paszy przez 0 do 0,5 minuty, druga próbka przez 0,5 do 1 minuty, a trzecia próbka od 1,0 do 1,5 minuty. Z każdej z trzech próbek wstępnych należy utworzyć jedną próbkę poprzez podział próbki (metodą ćwiartkowania). Pozostałe próbki są pobierane losowo co 0,5 minuty. W ciągu 10 minut trwania przepływu paszy będzie pobrane 20 próbek, z czego pierwsze trzy to próbki zbiorcze, a pozostałe 17 to próbki pojedyncze. Dla krótszego czasu przepływu należy odpowiednio zmienić przerwy między pobieraniem próbek.

Uwaga: Jest bardzo istotne jak najbardziej równomierne rozłożenie procesu pobierania próbek na cały czas przepływu partii paszy. Zapewnia to reprezentatywność próbek dla całej partii.

**7.1.2 Przygotowanie próbek**

Każdą próbkę mączki i granulatu należy rozdrobnić w odpowiednim śrutowniku.

Najpierw należy rozdrobnić próbki mączki i granulatu z drugiej partii (partii z pozostałościami poprodukcyjnymi) a następnie próbki z pierwszej partii. Zapewnia to rozdrabnianie próbek w kolejności zgodnej z poziomem zawartości mikroznacznika.

Po rozdrobieniu każdej próbki śrutownik należy wyczyścić przy użyciu sprężonego powietrza.

Po rozdrobieniu każdej grupy 20 próbek śrutownik należy oczyścić przy użyciu sprężonego powietrza oraz, po rozmontowaniu odpowiednich części, każdą z nich wyczyścić niezbyt miękką szczotką. W ten sposób eliminuje się pozostałości z poprzedniej grupy próbek.

Każdą rozdrobioną próbkę należy maksymalnie ujednoczyć i umieścić z powrotem w oryginalnym woreczku.

**7.1.3 Przechowywanie próbek do analizy.**

Próbki do analizy, które nie będą zbadane z ciągu tygodnia, należy przechowywać w suchym miejscu.

**7.2 Analiza próbek**

W tym czasie nie wolno otwierać woreczków z próbkami (patrz 3.2).

Mieszankę do badania należy maksymalnie ujednoczyć poprzez mieszanie jej w woreczku przy pomocy łyżki lub łopatki.

Z próbki do analizy oddziela się wymaganą ilość i poddaje badaniu na obecność mikroznacznika.

### 7.3 Archiwizowanie

Filtry z zabarwionymi punktami po pojedynczych cząstkach mikroznacznika powinny być przechowywane w archiwum. Właściwy okres przechowywania to minimum 1 rok. Arkusze filtrów mogą jednak być przechowywane nawet ponad 10 lat.

## **8. OZNACZANIE CZĄSTEK MIKROZNACZNIKA**

Cząstki mikroznacznika w próbce są oddzielane dzięki ich własnościom magnetycznym poprzez filtrowanie przez detektor rotacyjny z magnesem rotacyjnym. W tym samym czasie oddzielane są również inne cząstki magnetyczne. Cząstki mikroznacznika identyfikuje się dzięki dodaniu czynnika barwiącego, który powoduje efekt chromatograficzny (=kolorowy punkt) na arkuszu filtracyjnym, po użyciu wyzwalacza. Aby uwidocznić kolorowe punkty, filtr jest nasączany wyzwalaczem, cząstki mikroznacznika przenoszą się na filtr, a następnie proces wyzwalania jest zatrzymywany poprzez umieszczenie filtra na podgrzanej płytce.

Inne cząstki magnetyczne nie uwidaczniają się na filtrze jako kolorowe punkty i są eliminowane z arkusza za pomocą pędzelka. Kolorowe punkty na filtrze są liczone. Poziom mikroznacznika określa się jako liczbę cząstek na gram próbki.

## **9. OPRACOWYWANIE WYNIKÓW**

### 9.1 Wyniki niestandardowe

Po dodaniu mieszanki z mikroznacznikiem do pierwszej partii paszy, poziom mikroznacznika w pierwszych pobranych próbkach będzie niższy niż w kolejnych próbkach. Przyczyną tego są pozostałości poprodukcyjne z paszy przetwarzanej przed partią z mikroznacznikiem.

Odwrotne zjawisko występuje dla próbek z drugiej partii paszy. W tym wypadku pierwsze próbki mają relatywnie wysoki poziom mikroznacznika wynikający z przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych partii z mikroznacznikiem z drugiej do trzeciej partii. Zazwyczaj różnice między poziomami mikroznacznika w próbkach z trzeciej partii są wyraźnie większe niż w próbkach z drugiej partii. Nie można obliczyć prawdopodobieństwa jednorodności, zatem uważa się za wystarczające przedstawienie na wykresie średniego poziomu mikroznacznika w próbce dla wszystkich próbek. O ile próbki są reprezentatywne dla całej partii, czyli zostały pobrane w sposób równomierny w czasie całego przepływu paszy, można obliczyć średni poziom pozostałości poprodukcyjnych jako procentową zawartość mikroznacznika w partii pierwszej.

### 9.2 Pozostałości poprodukcyjne

Zgodnie z niniejszą procedurą kontroli poziom pozostałości poprodukcyjnych dla danego punktu pomiaru w instalacji jest obliczany w sposób następujący: Średni poziom mikroznacznika w analizowanych próbkach z drugiej partii podzielony przez średni poziom mikroznacznika na bazie suchej masy z analizowanych próbek z partii drugiej. Mnożąc wynik przez 100 otrzymuje się średni poziom pozostałości poprodukcyjnych wyrażony w procentach.



### 9.3 Badanie jednorodności

Dla tego badania należy wyznaczyć następujące dane statystyczne:

- średnia liczba cząstek
- odchylenie standardowe dla liczby cząstek
- $\chi^2$  (chi-kwadrat) – wartość
- Prawdopodobieństwo p w % jako indykacja homogeniczności
- Procent odzyskiwania mikroznacznika (%).

Prawdopodobieństwo jest obliczane przy użyciu określonej wartości chi-kwadrat oraz liczby stopni swobody (patrz tabela 3). Uzyskuje się wartości pomiędzy 0.999 a < 0.0005. Oszacowana jednorodność jest zapisywana z definicji.

Prawdopodobieństwo oblicza się przy użyciu tabeli Excela.

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

Tabela 3: Tabela do określania prawdopodobieństwa, poziomo: liczba stopni swobody, pionowo: wartość chi kwadrat

## 10. RAPORTOWANIE

Dla każdej grupy próbek należy sporządzić raport zawierający:

- Dla celów obliczania homogeniczności pierwszej partii paszy, średnią liczbę cząstek mikroznacznika wyrażoną w liczbach całkowitych
- Dla obliczania jednorodności pierwszej partii paszy, liczbę stopni swobody systemu Liczba przeanalizowanych próbek n-1
- Dla obliczania jednorodności pierwszej partii paszy, wartość chi-kwadrat (wyliczona jako empiryczny współczynnik wariancji dla analizowanych próbek razy liczba danych, dzielone przez średnią liczbę cząstek w badanych próbkach)



- d. na podstawie liczby stopni swobody i wartości chi-kwadrat, prawdopodobieństwo jako procent analizowanych próbek  $[\chi^2 / (\text{Rozkład.chi (chi-kwadrat; stopień swobody)} \times 100)] \times 100$
- e. obliczoną wartość odzyskiwanych cząstek mikroznacznika w pierwszej partii paszy w stosunku do liczby cząstek mikroznacznika w dodanej mieszance z mikroznacznikiem
- f. obliczony poziom pozostałości poprodukcyjnych dla instalacji jako stosunek liczby cząstek mikroznacznika w drugiej partii paszy do liczby cząstek mikroznacznika w pierwszej partii.

## 11. OCENA WYNIKÓW

### Jednorodność materiału

Obliczone procentowe prawdopodobieństwo jest miarą jednorodności mieszanki mączki lub granulatu, z których pobrano próbki. Prawdopodobieństwo wskazuje, na ile badane próbki odpowiadają "idealnej" mieszance.

Jeśli wartość uzyskana w badaniu jest identyczna z prawdopodobieństwem wyższym niż 5% (0,05), można przyjąć na podstawie obliczonego prawdopodobieństwa, że uzyskano "mieszanę idealną".

Jeśli wartość uzyskana w badaniu jest identyczna z prawdopodobieństwem pomiędzy 1% a 5% (0.01 do 0.05) można założyć na podstawie obliczeń prawdopodobieństwa że uzyskano „prawdopodobne znaczne odchylenie od idealnej mieszanki”. Odnosi się to do wymaganego minimum, po przekroczeniu którego nie można sformułować jednoznacznego stwierdzenia. Test należy powtórzyć.

Jeśli wartość uzyskana w badaniach jest identyczna z prawdopodobieństwem mniejszym niż 1%, można założyć na podstawie obliczeń prawdopodobieństwa że uzyskano „prawdopodobne znaczne odchylenie od idealnej mieszanki”.

Główną cechą rozkładu Poissona jest to, że przy uzyskaniu „idealnej mieszanki” odchylenie standardowe dla serii przeprowadzonych badań musi być (dla średnich) równe pierwiastkowi kwadratowemu z wartości średniej

Poniżej przedstawiono dwa przykłady obliczeń dla mieszanki jednorodnej i niejednorodnej

#### Przykład 1: Mieszanka jednorodna

Numer próbki	Policzona liczba cząstek, x	Średnia m	Różnica $x_n - d_n$	Kwadrat różnicy $d_n^2$
1	47	50	3	9
2	53	50	3	9
3	45	50	5	25
4	55	50	5	25
5	50	50	0	0
Średnia $x=50$			Suma $d_n^2=S=68$	

Tabela 4: Przykład obliczeń dla mieszanki jednorodnej

Liczba próbek:  $n=5$   
 Wartość chi-kwadrat  $\chi^2$ :  $S: x = 1 (68: 50 = 1.4)$   
 Wartości z tabeli 3:  
     poziomo:  $n - 1 = 4$   
     pionowo: 1  
 Wyliczone prawdopodobieństwo: 0.910  
 Wyliczone prawdopodobieństwo w %: 91.0%

Wynik: Wyliczone prawdopodobieństwo jest wyższe niż 5 %; zatem jest to mieszanka jednorodna.

### Przykład 2: Mieszanka niejednorodna

Numer próbki	Policzona liczba cząstek, $x$	Średnia $m$	Różnica $x_n - d_n$	Kwadrat różnicy $d_n^2$
1	43	53	10	100
2	57	53	4	16
3	70	53	17	289
4	35	53	18	324
5	61	53	8	64
Średnia $x=53$			Suma $d_n^2=S=793$	

Tabela 5: Przykład obliczeń dla mieszanki niehomogenicznej.

Liczba próbek:  $n=5$   
 Wartość chi-kwadrat  $\chi^2$ :  $S: x = 15 (793: 53 = 15)$   
 Wartości z tabeli 3:  
     poziomo:  $n - 1 = 4$   
     pionowo: 15  
 Wyliczone prawdopodobieństwo: 0.005  
 Wyliczone prawdopodobieństwo w %: 0.5%

Wynik: Wyliczone prawdopodobieństwo jest mniejsze od 1 %; mieszanka nie jest jednorodna.

## 12. UWAGI

### 12.1 Pierwszy punkt pobierania próbek

Mieszanka paszowa nie jest jednorodna po dodaniu różnych składników. Nawet po zmieleniu surowców śrutownikiem młotkowym problem ten częściowo pozostaje. Drobne części surowców przedostają się często ze śrutownika młotkowego bezpośrednio do mieszalnika. Jednorodnej mieszanki spodziewać się więc można dopiero na etapie mieszalnika. Pobieranie próbek bezpośrednio z mieszalnika jest trudne i może być niebezpieczne, dlatego nie jest zalecane. Pobieranie próbek powinno zatem odbywać się w miejscu znajdującym się za mieszalnikiem. W przypadku większości firm punkt ten znajdować się będzie w miejscu wypływu produktu ze zbiornika pod mieszalnikiem.

### 12.2 Przechowywanie próbek

Próbki, które nie mogą być przeanalizowane w krótkim terminie, powinny być przechowywane w suchym miejscu, aby nie utraciły swoich właściwości przed przeprowadzeniem badania.

### **13. BEZPIECZEŃSTWO**

W praktyce procedura kontroli jest zazwyczaj przeprowadzana w firmie produkującej mieszanki paszowe.

Osoby przeprowadzające kontrole w firmie produkującej mieszanki paszowe powinny przestrzegać następujących zasad bezpieczeństwa:

- a. zapoznać się przed rozpoczęciem pracy z zasadami bezpieczeństwa obowiązującymi w danej firmie produkującej mieszanki paszowe
- b. w trakcie przebywania w danej firmie przestrzegać zasad bezpieczeństwa obowiązujących w tej firmie

### **14. PRZETWARZANIE MIESZANEK PASZOWYCH ZAWIERAJĄCYCH MIKROZNACZNIK.**

Brak szczególnych wymogów.

### **15. LITERATURA**

#### 1. The use of Microtracers to determine Completeness of Mix

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

#### 2. Mix with Confidence

Safe mixing

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

## 5.8 Procedura pomiaru poziomu pozostałości poprodukcyjnych z zastosowaniem mikroznaczników, metodą ważenia.

### 1. ZAKRES STOSOWANIA

Patrz 5.7 Procedura pomiaru poziomu pozostałości poprodukcyjnych za pomocą mikroznaczników.

### 2. DEFINICJE

Zakład produkcyjny: Zakład produkcyjny to instalacja, która jest przystosowana do produkcji mieszanek paszowych.

Mieszanka z mikroznacznikiem:

Mieszanka z mikroznacznikiem do badania mieszanek paszowych zawiera 4 kg wapna paszowego lub rozdrobnionej pszenicy oraz 500 g mikroznacznika. Następnie 500 g mikroznacznika jest mieszane z 1 t mieszanki paszowej, co odpowiada dokładności mieszania 1:2 000.

### 3. ZASADY

Do pomiarów wykorzystywany jest tak zwany mikroznacznik RF (elementarne cząstki żelaza). Średnia liczba cząstek na 1 gram wynosi 1.000.000. Istotny jest rozkład cząstek mikroznacznika; średnia liczba cząstek waha się w zależności od partii mikroznacznika. W celu określenia liczby cząstek w czasie pomiaru przygotowuje się mieszankę z mikroznacznikiem, w której dokładnie określa się średnią liczbę cząstek użytego mikroznacznika

Liczba cząstek mikroznacznika w pobranych próbkach określana jest poprzez oddzielenie cząstek mikroznacznika od pozostałych cząstek paszy przy pomocy detektora rotacyjnego. W tym celu próbkę należy dwukrotnie przepuścić przez detektor.

Gdy próbka poddana zostanie działaniu magnezu, nadmiar produktu usuwany jest dokładnie z filtra za pomocą szczotki oraz magnezu rotacyjnego. Następnie należy usunąć filtr z magnezu oraz przenieść i umieścić mikroznacznik na wytarowanej miedzianej szalce do odważania.

Uwaga 1: W celu skorygowania o "żelazo z instalacji zakładowej" należy najpierw przeprowadzić pomiary na trzech ślepych próbkach. W ostatecznych obliczeniach powinno się uwzględnić korektę wyliczoną ze średniej pomiarów na ślepych próbkach.

Uwaga 2: Podczas dodawania mieszanki z mikroznacznikiem należy pamiętać o proporcji 500 gram/tonę. Wielkość próbki powinna wynosić 300 – 500 gramów

### 4. SPRZĘT I NARZĘDZIA

Patrz 5.7 Procedura kontrolna dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przy użyciu mikroznaczników.

### 5. WYMAGANE INFORMACJE O FIRMIE

Patrz 5.7 Procedura kontrolna dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przy użyciu mikroznaczników

## **6. DODAWANIE MIESZANKI Z MIKROZNACZNIKIEM**

Patrz 5.7 Procedura kontrolna dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przy użyciu mikroznaczników.

## **7. POBIERANIE PRÓB I POSTĘPOWANIE Z PRÓBAMI**

Patrz 5.7 Procedura kontrolna dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przy użyciu mikroznaczników

## **8. OZNACZANIE CZĄSTEK MIKROZNACZNIKA**

Za pomocą podwójnej filtracji przeprowadzonej detektorem rotacyjnym wyposażonym w magnes rotacyjny. Cząstki mikroznacznika z próbki są izolowane ze względu na ich właściwości magnetyczne. Inne cząstki o właściwościach magnetycznych zostają również odfiltrowane w tym samym czasie. Identyfikacja cząstek mikroznacznika odbywa się metodą ważenia.

Uwaga 1: W celu skorygowania o “żelazo z instalacji zakładowej” należy najpierw przeprowadzić pomiary na trzech ślepych próbach. W ostatecznych obliczeniach powinno się uwzględnić korektę wyliczoną ze średniej pomiarów na ślepych próbach.

Uwaga 2: Podczas dodawania mieszanki z mikroznacznikiem należy pamiętać o proporcji 500 gram/tonę. Wielkość próbki powinna wynosić 300 – 500 gramów

## **9. PRZETWARZANIE WYNIKÓW**

Patrz 5.7 Procedura kontrolna dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przy użyciu mikroznaczników

## **10 RAPORTOWANIE**

Patrz 5.7 Procedura kontrolna dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przy użyciu mikroznaczników

## **11. OCENA WYNIKÓW**

Patrz 5.7 Procedura kontrolna dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przy użyciu mikroznaczników

## **12. UWAGI**

Patrz 5.7 Procedura kontrolna dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przy użyciu mikroznaczników

## **13. BEZPIECZEŃSTWO**

Patrz 5.7 Procedura kontrolna dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przy użyciu mikroznaczników

## **14. PRZETWARZANIE MIESZANEK PASZOWYCH ZAWIERAJĄCYCH MIKROZNACZNIK**

Patrz 5.7 Procedura kontrolna dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przy użyciu mikroznaczników

**5.9 Procedura pomiaru pozostałości poprodukcyjnych w produkcji pasz przy użyciu fioletu metylowego.**

Ten tekst będzie dodany później.



## 6 METODY POMIARU JEDNORODNOŚCI MIESZANEK SUCHYCH <sup>2</sup>

### 6.1 Wprowadzenie

Uczestnik miesza materiały paszowe, dodatki paszowe oraz weterynaryjne produkty lecznicze na jednorodną paszę zgodnie z wymogami zawartymi w punkcie 6.7.1.2 standardu GMP+ B1 *Produkcja, Handel i Usługi*. Pomiar jednorodności mieszanek jest przeprowadzany w oparciu o procedury opisane w tej części aneksu.

### 6.2 Częstotliwość

Test jednorodności musi być przeprowadzony dla każdej instalacji mieszającej. Taki test musi być wykonany przynajmniej:

- Przy pierwszym użyciu instalacji.
- Po każdej znaczącej zmianie w instalacji.
- Co 4 lata.

### 6.3 Pomiar jednorodności

#### 6.3.1 Informacje ogólne

Pomiar jednorodności jest określany statystycznie przy użyciu metod bezpośrednich i pośrednich.

#### 6.3.2 Metody bezpośrednie

Metody bezpośrednie pomiaru jednorodności są oparte na **liczeniu cząsteczek**. Jako substancji pomiarowych używa się tak zwanych mikroznaczników. Dla badania jednorodności stosuje się dwa różne mikroznaczniki: Mikroznacznik F oraz Mikroznacznik FSS. Zastosowanie tych metod prowadzi do uzyskania wyników, które są analizowane jako rozkład Poissona. Jednorodność jest wyrażana jako prawdopodobieństwo (p). Stosowanie tych metod musi odbywać się zgodnie z opisem metody zawartym w rozdziale 5 powyżej.

---

<sup>2</sup> Mieszanki paszowe suchych lub premiksi suchych. Mieszanki ciekłej paszy, emulsji, zawiesin są poza zakresem.

**Wskazówka**

Przykładowe wyliczenie jednorodności przy zastosowaniu metody bezpośredniej z użyciem Mikroznacznika FSS. Dozowanie Mikroznacznika FSS to 10g na tonę badanej mieszanki.

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

**Analytical results:**

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

**Statistical Evaluation:**

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

**Mixing uniformity:**

**Mixing is excellent.**

Table 1: Definitions for Mixing Uniformity

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

### 6.3.3 Metody pośrednie

Metody pośrednie pomiaru jednorodności są oparte na **określeniu stężenia substancji** (Mikroznacznika RF Lake Blue, kobaltu lub dodatku). Metody pośrednie to:

- Metoda z Mikroznacznikiem RF Lake Blue
- Metoda z użyciem kobaltu
- Metoda ze znacznikiem składającym się z dodatku (Salinomycyna)
- Metoda z użyciem mieszanki tlenku manganu oraz mieszanki wysokobiałkowej i mieszanki niskobiałkowej.

Stosowanie tych metod prowadzi do wyników, które uważane są za będące rozkładem normalnym. Jednorodność jest podawana przez współczynnik zmienności (CV). Stosowanie powyższych metod pośrednich musi odbywać się zgodnie z opisem w rozdziale 5.

### 6.4 Interpretacja wyników jednorodności

W zależności od użytej metody, wyniki muszą być interpretowane w oparciu o limity zawarte w poniższych tabelach.

Określenie jednorodności metodami bezpośrednimi

Prawdopodobieństwo p	Ocena
$p \leq 1\%$	Niewystarczająca
$1\% < p < 5\%$	Prawdopodobne istotne odchylenie. Nie można podać jednoznacznej oceny. Należy powtórzyć test.
$P \geq 5\%$	Dobra jednorodność

Określenie jednorodności metodami pośrednimi

Współczynnik zmienności CV	Ocena
$CV \leq 8\%$	Dobra jednorodność
$8\% < CV < 12\%$	Jednorodność akceptowalna
$CV \geq 12\%$	Niewystarczająca

W przypadku, gdy jednorodność mieszanki jest oceniona jako niewystarczająca, uczestnik GMP+ musi:

- Podać prawdopodobną przyczynę (-ny)
- Zastosować działania naprawcze
- Przeprowadzić nowy test jednorodności, aby upewnić się, że podjęte działania prowadzą do dobrej jednorodności.

**GMP+ International**

Braillelaan 9  
2289 CL Rijswijk  
The Netherlands

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

Klauzula odpowiedzialności:

Niniejsza publikacja została opracowana celem dostarczenia stronom zainteresowanym informacji o standardach GMP+. Publikacja będzie regularnie aktualizowana. GMP+ International B.V. nie ponosi odpowiedzialności za ewentualne nieścisłości w publikacji.

© GMP+ International B.V.

Wszelkie prawa zastrzeżone. Informacje zawarte w tej publikacji mogą być przeglądane na ekranie, kopiowane oraz drukowane wyłącznie na użytek własny, niekomercyjny. Wszelkie inne użycie wymaga wcześniejszej pisemnej zgody GMP+ International B.V.