

 Technical Specifications

TS 1.11 - Kontrola pozostałości

Wersja PL: 1 marca 2021





Indeks

WITAMY	3
1. ZAKRES DOKUMENTU	3
2. LIMITY DLA POZOSTAŁOŚCI KRYTYCZNYCH	3
2.1. INFORMACJE OGÓLNE	3
2.2. LIMITY POZOSTAŁOŚCI DLA DODATKÓW PASZOWYCH	4
2.3. LIMITY DLA POZOSTAŁOŚCI WETERYNARYJNYCH PRODUKTÓW LECZNICZYCH	7
2.4. LIMITY DLA POZOSTAŁOŚCI INNYCH DODATKÓW PASZOWYCH / WETERYNARYJNYCH PRODUKTÓW LECZNICZYCH	9
3. DODATKOWE WYMOGI DLA KONTROLI POZOSTAŁOŚCI	10
3.1. INFORMACJE OGÓLNE / INSTALACJE	10
3.2. KONTROLA POZOSTAŁOŚCI ZA POMOCĄ KOLEJNOŚCI PRODUKCJI.....	11
3.2.1. Informacje ogólne	11
3.2.2. Procent przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych dla instalacji	12
3.2.3. Współczynnik bezpieczeństwa	12
3.2.4. Zatwierdzenie i okresowa weryfikacja (monitoring)	13
3.2.5. Dodatkowe informacje o współczynniku bezpieczeństwa	14
4. METODY POMIARU POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH	15
4.1. WPROWADZENIE	15
4.2. OGÓLNE PODSTAWOWE ZASADY DOTYCZĄCE POMIARU PRZENOSZENIA POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH....	15
4.3. PROCEDURA USTALANIA PRZENOSZENIA POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH W PRODUKCJI MIESZANEK PASZOWYCH PRZY UŻYCIU TLENKU MANGANU ORAZ MIESZANKI WYSOKOBIAŁKOWEJ I NISKOBIAŁKOWEJ.....	19
4.4. PROCEDURA TESTOWANIA DLA POMIARU POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH INSTALACJACH DLA PREMIKSÓW I DODATKÓW PASZOWYCH	26
4.5. PROCEDURA SPRAWDZANIA DOKŁADNOŚCI PROCESU PRODUKCJI MIESZANKI PASZOWEJ PRZY UŻYCIU MIKROZNACZNIKÓW.....	27
5. METODY POMIARU JEDNORODNOŚCI MIESZANEK SUCHYCH	38
APPENDIX: INFORMACJE DODATKOWE DOTYCZĄCE WSPÓŁCZYNNIKA BEZPIECZEŃSTWA DLA SZEREGU WETERYNARYJNYCH PRODUKTÓW LECZNICZYCH ZATWIERDZONYCH NA RYNEK HOLENDERSKI	41



Witamy

GMP+ Feed Certification scheme pomaga Ci w zapewnianiu bezpieczeństwa pasz na całym świecie. Poprzez dostosowanie do wymogów ustanowionych przez GMP+ International, razem ze Wspólnotą GMP+, chcemy umożliwić Ci uzyskanie potrzebnej certyfikacji pasz. Prosimy zapoznać się uważnie z informacjami zawartymi w tym dokumencie.

Let's make this work together!

1. Zakres dokumentu

Niniejszy dokument określa :

- limity dla pozostałości dodatków paszowych i weterynaryjnych produktów leczniczych
- wymogi specjalne dotyczące kontroli pozostałości dodatków paszowych i weterynaryjnych produktów leczniczych
- metody pomiaru przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych i jednorodności

Wymogi zawarte w tym dokumencie są **dodatkowymi** do wymogów ustanowionych w R 1.0 *Feed Safety Management Systems Requirements*.

2. Limity dla pozostałości krytycznych

2.1. Informacje ogólne

1. Każda firma uczestnicząca w module GMP+ FSA, mająca siedzibę w Europie lub poza Europą, musi kontrolować użycie dodatków paszowych i weterynaryjnych produktów leczniczych. Firma certyfikowana GMP+ musi zapewnić, że dodatki paszowe i weterynaryjne produkty lecznicze (ich pozostałości) nie są obecne w paszach innych niż te, do których są przeznaczone, lub że przynajmniej nie przekraczają maksymalnych limitów (tak zwanych limitów pozostałości) w paszach innych niż te, do których są przeznaczone.
2. Firma certyfikowana GMP+ musi zapewnić zgodność z limitami pozostałości określonymi w tym dokumencie. Limity pozostałości podane w tym dokumencie bazują głównie na przepisach prawa UE. Limity pozostałości z tych przepisów zostały włączone w GMP+ FSA module. Zasadniczo limit pozostałości jakiegoś dodatku paszowego lub weterynaryjnego produktu leczniczego jest to procentowe wyrażenie maksymalnej zawartości, jaką dopuszcza się jako zmieszaną w paszy. W przepisach prawa paszowego Unii Europejskiej zostały ustalone limity pozostałości, oparte o współczynniki podane w tabeli poniżej.

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



Limity te zostały wyszczególnione w tabelach w tym rozdziale. W tabelach podano również limity pozostałości dla szeregu innych substancji, wyliczone głównie za pomocą 'współczynnika maks. 2,5%'.

3. W innych rejonach świata dozwolone jest używanie w paszach także innych substancji (nie zarejestrowanych w UE kokcydiostatyków, antybiotyków i innych produktów, takich jak stymulatory wzrostu, weterynaryjne produkty lecznicze). W tabeli poniżej produkty te należy klasyfikować jako 'Inne substancje, dla których określony został okres karencji'.

+ Wskazówka:

'Inne substancje, dla których określony został okres karencji' to produkty

- które są celowo dodawane do paszy z zamiarem wpłynięcia na wydajność, produkcję lub zdrowie 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 następstwie tego ustalono okres karencji.

2.2. Limity pozostałości dla dodatków paszowych

Dodatki paszowe	Pasza	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
Sól sodowa lasalocidu A	Materiały paszowe	1,25
	Mieszanki paszowe dla:	
	• psów, cieląt, królików, koniowatych, zwierząt mlecznych, niosek, indyków (> 16 tygodni) oraz kurcząt hodowanych na nioski (> 16 tygodni)	1,25
	• kurcząt na tuczu, 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)	1,25
	• 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
• pozostałych gatunków zwierząt	3,75	
	Premiksy do użycia w paszach, w których użycie soli sodowej lasalocidu nie jest dozwolone	(¹)
Narazyna	Materiały paszowe	0,7
	Mieszanki paszowe dla:	
	• indyków, królików, koniowatych, niosek oraz kurcząt hodowanych na nioski (> 16 tygodni)	0,7
	• pozostałych gatunków zwierząt	2,1
	Premiksy do użycia w paszach, w których używanie narazyny nie jest dozwolone.	(¹)



Dodatki paszowe	Pasza	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
Sól sodowa salinomycyny	Materiały paszowe	0,7
	Mieszanki paszowe dla:	
	<ul style="list-style-type: none"> • koniowatych, indyków, niosek i kurcząt hodowanych na nioski (>12 tygodni) 	0,7
	<ul style="list-style-type: none"> • 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) 	0,7
	<ul style="list-style-type: none"> • pozostałych gatunków zwierząt 	2,1
	Premiisy do użycia w paszach, w których użycie soli sodowej salinomycyny nie jest dozwolone.	(¹)
Sól sodowa monenzyny	Materiały paszowe	1,25
	Mieszanki paszowe dla:	
	<ul style="list-style-type: none"> • koniowatych, psów, małych przeżuwaczy (owce i kozy), kaczek, bydła, zwierząt mlecznych, niosek, kurcząt na nioski (>16 tygodni) oraz indyków (> 16 tygodni) 	1,25
	<ul style="list-style-type: none"> • kurcząt na tucz, kurcząt na nioski (<16 tygodni) i indyków (<16 tygodni) na okres przed ubojem, w którym użycie soli sodowej monenzyny jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu) . 	1,25
	<ul style="list-style-type: none"> • pozostałych gatunków zwierząt 	3,75
	Premiisy do użycia w paszach, w których stosowanie soli sodowej monenzyny nie jest dozwolone.	(¹)
Sól sodowa semduramycyny	Materiały paszowe	0,25
	Mieszanki paszowe dla:	
	<ul style="list-style-type: none"> • niosek oraz kurcząt hodowanych na nioski (> 16 tygodni) 	0,25
	<ul style="list-style-type: none"> • kurcząt na tucz na okres przed ubojem, w którym używanie soli sodowej semduramycyny nie jest dozwolone (pasza na końcowy okres tuczu). 	0,25
	<ul style="list-style-type: none"> • pozostałych gatunków zwierząt 	0,75
	Premiisy do użycia w paszach, w których stosowanie soli sodowej semduramycyny nie jest dozwolone.	(¹)
Maduramycyna amonu alfa	Materiały paszowe	0,05
	Mieszanki paszowe dla:	
	<ul style="list-style-type: none"> • koniowatych, królików, indyków (> 16 tygodni), niosek i kurcząt hodowanych na nioski (>16 tygodni) 	0,05
	<ul style="list-style-type: none"> • kurcząt na tucz oraz indyków (<16 tygodni) na okres przed ubojem, w którym stosowanie maduramycyny amonu alfa jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu) 	0,05
	<ul style="list-style-type: none"> • pozostałych gatunków zwierząt 	0,15
	Premiisy do użycia w paszach, w których stosowanie maduramycyny amonu alfa jest niedozwolone.	(¹)



Dodatki paszowe	Pasza	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
Chlorowodorek robenidyny	Materiały paszowe	0,7
	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="448 477 1126 512">• niosek i kurcząt hodowanych na nioski (> 16 tygodni) <li data-bbox="448 515 1126 651">• kurcząt na tucz, królików na tucz i na rozród oraz indyków na okres przed ubojem, w którym używanie chlorowodoru robenidyny jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu) <li data-bbox="448 654 871 689">• pozostałych gatunków zwierząt 	0,7 0,7 2,1
	Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie chlorowodoru robenidyny jest niedozwolone.	(1)
	Dekochinat	Materiały paszowe
Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="448 851 1110 887">• niosek i kurcząt hodowanych na nioski (> 16 tygodni) <li data-bbox="448 889 855 925">• pozostałych gatunków zwierząt 		0,4 1,2
Premiksy do użycia w paszach, w których używanie dekokochinatu jest niedozwolone.		(1)
Bromowódor halofuginonu		Materiały paszowe
	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="448 1066 1158 1140">• niosek, kurcząt hodowanych na nioski oraz indyków (> 12 tygodni) 	0,03
	<ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="448 1140 1142 1279">• kurcząt na tucz oraz indyków (< 12 tygodni) na okres przed ubojem, w którym stosowanie bromowodoru halofuginonu jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu) 	0,03
	<ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="448 1279 855 1314">• pozostałych gatunków zwierząt 	0,09
	Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie bromowodoru halofuginonu jest niedozwolone.	(1)
Nikabrazyna	Materiały paszowe	1,25
	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="448 1456 1166 1529">• koniowatych, niosek i kurcząt hodowanych na nioski (> 16 tygodni) <li data-bbox="448 1532 855 1568">• pozostałych gatunków zwierząt 	1,25 3,75
	Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie nikabrazyny (w kombinacji z narazyną) jest niedozwolone.	(1)
	Diklazuril	Materiały paszowe
Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="448 1709 1102 1744">• niosek, kurcząt hodowanych na nioski (> 16 tygodni) 		0,01
<ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="448 1753 1142 1856">• królików na tucz i rozród na okres przed ubojem, w którym stosowanie diklazurilu jest zabronione (pasza na końcowy okres tuczu) 		0,01
<ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="448 1856 1174 1960">• Pozostałe gatunki zwierząt inne niż kurczęta hodowane na nioski (< 16 tygodni), kurczęta na tucz, perliczki oraz indyki na tucz 		0,03
Premiksy do użycia w paszach, w których stosowanie diklazurilu jest niedozwolone.		(1)



Dodatki paszowe	Pasza	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
	<p><i>Uwaga:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • Kurczęta na tucz: pasza podawana tym kurczętom od 5 dnia przed ubojem • Indyki na tucz: pasza podawana tym indykom od 5 dnia przed ubojem • Świnie: pasza podawana świniom od 28 dnia przed ubojem 	
Dla pozostałych kokcydiostatyków	Dla wszystkich pasz	1% maksymalnej zawartości, która jest dopuszczona do domieszania do paszy.

- (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.

2.3. Limity dla pozostałości weterynaryjnych produktów leczniczych

Weterynaryjne produkty lecznicze	Pasza	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
Sól sodowa sulfadiazyny	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> • Niosek • Kurcząt na tucz i indyków na tucz • Świń • Zwierząt mlecznych 	5 8 1 1
Sulfametoksazol	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> • Niosek • Kurcząt na tucz i indyków na tucz • Świń • Zwierząt mlecznych 	5 8 1 1
Doksycyklina	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> • Niosek • Kurcząt na tucz i indyków na tucz • Świń • Zwierząt mlecznych 	8 8 10 1 partia ²
Oksytetra-cyklina	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none"> • Niosek • Kurcząt na tucz i indyków na tucz • Świń • Zwierząt mlecznych 	1 10 10 1 partia ²
Iwermektyna	Mieszanki paszowe dla:	



Weterynaryjne produkty lecznicze	Pasza	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
	<ul style="list-style-type: none">NiosekKurcząt na tucz i indyków na tuczŚwińZwierząt mlecznych	0,1 0,1 0,1 1 batch ²
Tiamulina	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none">NiosekKurcząt na tucz i indyków na tuczŚwińZwierząt mlecznych	1 8 10 1 batch ²
Tylmikozyjna	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none">NiosekKurcząt na tucz i indyków na tuczŚwińZwierząt mlecznych	1 4 10 1 batch ²
Trimetoprym	Mieszanki paszowe dla: <ul style="list-style-type: none">NiosekKurcząt na tucz i indyków na tuczŚwińZwierząt mlecznych	Powiązany z sulfadiazyną i tym samym wystarczająco zabezpieczony

(2) Nie wolno produkować paszy dla krów mlecznych na linii produkcyjnej, na której bezpośrednio przed używano tych dodatków/produktów.



2.4. Limity dla pozostałości innych dodatków paszowych / weterynaryjnych produktów leczniczych

Weterynaryjne produkty lecznicze	Pasza	Maksymalna zawartość w mg/kg (ppm) w odniesieniu do paszy o wilgotności 12%
Pozostałe substancje, dla których wyznaczony został okres karencji ³	Wszystkie inne pasze dla zwierząt, które wytwarzają produkty zwierzęce, takich jak: <ul style="list-style-type: none">• Nioski• Mleczne krowy, kozy, owce itd.• Kurczęta na ubój i indyki na tucz (pasza podawana od 5 dnia przed ubojem)• Świnie (pasza podawana od 28 dnia przed ubojem)	1

(3) Przykłady: Flubendazol, Carbadox, Olaquinox.



3. Dodatkowe wymogi dla kontroli pozostałości

3.1. Informacje ogólne / Instalacje

Firma certyfikowana GMP+ może stosować kilka środków kontroli dla zapewnienia, że pozostałości krytycznych dodatków paszowych i weterynaryjnych produktów leczniczych nie przekraczają poziomów określonych w tabelach w § 2.2, § 2.3 i § 2.4

+ Wskazówka 1:

Dopuszczalnymi środkami kontroli mogą być:

- Całkowite nieużywanie żadnych dodatków paszowych lub dodatków z ustalonym limitem pozostałości.
- Separacja pomiędzy lokalizacjami, gdzie używane są dodatki paszowe/weterynaryjne produkty lecznicze i lokalizacjami, gdzie nie są one używane.
- Separacja pomiędzy urządzeniami produkcyjnymi i sprzętem do transportu wewnętrznego (z i bez krytycznych dodatków paszowych i weterynaryjnych produktów leczniczych) w ramach jednej lokalizacji.
- Wybór mniej krytycznych dodatków paszowych lub weterynaryjnych produktów leczniczych
- Transport pierwszych 50 -100 kg wyprodukowanej paszy (po paszy leczniczej) do utylizacji jako odpad lub do ponownego użycia w przetwarzaniu paszy z takim samym dodatkiem paszowym lub weterynaryjnym produktem lub produktami leczniczymi.
- Użycie specjalnego sprzętu (transport wewnętrzny, mieszalnik, filtr).
- Prawidłowa konserwacja i czyszczenie urządzeń.
- Dozowanie weterynaryjnego produktu leczniczego w mieszalniku lub urządzeniu do mieszania luzem.
- Używanie stałej sekwencji dozowania dla mikrokomponentów.
- Korzystanie z krótkich dróg transportu / stosowanie prawidłowych czasów przestoju.
- Unikanie miejsc, w których produkty mogą się osadzać.
- Stosowanie ściśle określonej kolejności produkcji/płukania. Patrz w tej kwestii § 3.2.

We wszystkich standardach GMP+ ustala się, że środki kontroli muszą być zatwierdzone, a ich skuteczność musi być weryfikowana z odpowiednią częstotliwością (przy zastosowaniu 'zasad HACCP'). Obejmuje to także środki kontroli dla kontrolowania pozostałości weterynaryjnych produktów leczniczych / dodatków.

Przy stosowaniu specjalnej kolejności produkcji w celu kontrolowania limitów pozostałości wymagane jest specjalne zatwierdzenie i weryfikacja. Patrz § 3.2.4.

+ Wskazówka 2:

Zatwierdzenie: może być wykonywane zgodnie z ogólnymi zasadami HACCP. Firma certyfikowana GMP+ powinna mieć pewność, że stosowanie określonych środków kontroli daje oczekiwany rezultat (= brak pozostałości lub przynajmniej pozostałości poniżej limitów). Pomocne są tutaj wyniki badań analitycznych. Po każdej istotnej zmianie należy na nowo rozważyć środki kontroli i – w razie potrzeby – uaktualnić je i zatwierdzić.



3.2. Kontrola pozostałości za pomocą kolejności produkcji

3.2.1. Informacje ogólne

Bardzo powszechną metodą wykorzystywaną do kontroli poziomów pozostałości jest płukanie instalacji produkcyjnej po użyciu weterynaryjnego produktu leczniczego lub dodatku paszowego, czyli 'czyszczenie' instalacji.

Gdy używa się tej metody, należy wyliczyć dokładną kolejność produkcji i stosować ją, wykonując wystarczającą ilość partii płuczących dla zapewnienia, że poziomy pozostałości nie są przekroczone.

Jeśli do płukania po produkcji paszy leczniczej lub paszy z kokcydiostatykiem używana jest pasza, należy zapewnić, że poziom pozostałości weterynaryjnych produktów leczniczych lub dodatków paszowych w tej paszy nie przekracza limitów.

Jeśli do płukania używany jest materiał paszowy, musi on następnie być użyty lub przetworzony z wielką ostrożnością. Analiza ryzyka musi potwierdzić prawidłowe użycie tego materiału paszowego. Taki materiał paszowy mógłby być użyty w paszy z takim samym kokcydiostatykiem lub antybiotykiem. Może on być również oddany do utylizacji jako odpad.

Kalkulacja, oparta na stopniu przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych dla danej instalacji produkcyjnej, musi skutkować oczekiwanymi (wyliczonymi) poziomami pozostałości krytycznego dodatku paszowego i weterynaryjnych produktów leczniczych w partiach następujących po partii, w której firma użyła krytycznego dodatku paszowego lub weterynaryjnego produktu leczniczego.

Uwaga: Maksymalny poziom dodatku paszowego/weterynaryjnego produktu leczniczego w premiksie to stężenie, które nie może skutkować poziomem tego dodatku paszowego/weterynaryjnego produktu leczniczego wyższym niż 50% maksymalnych poziomów ustalonych dla paszy, przy przestrzeganiu instrukcji użycia premiksu.

Wskazówka:

Na przykład: maksymalny poziom pozostałości dodatku paszowego dla paszy wynosi 1 ppm. Premiks może przyczynić się do maks. 0,5 ppm w paszy (50%). Gdy premiks musi być mieszany z paszą w ilości 5% zgodnie z instrukcją, maksymalny limit pozostałości dla premiksu wynosi 10 ppm.

Nie mogą również być przekroczone maksymalne limity dla dodatków paszowych takich jak miedź i cynk. Patrz TS 1.5 *Szczegółowe limity bezpieczeństwa pasz*.



3.2.2. Procent przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych dla instalacji

Informacje ogólne

Przy pomiarze procentu przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych dla instalacji musi być stosowana procedura testowania opisana w rozdziale 4 tego dokumentu. Wszystkie linie produkcyjne, przetwarzające i transportowe w zakładzie, które mogą przyczyniać się do pozostałości poprodukcyjnych, muszą być testowane. Więcej szczegółów – patrz rozdział 4.

Częstotliwość

Minimalna częstotliwość pomiaru przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych w liniach produkcyjnych i transportowych zależy od przetwarzanych przez firmę certyfikowaną GMP+ dodatków paszowych i weterynaryjnych produktów leczniczych (pasz i premiksów, które je zawierają) oraz od tego, czy firma wytwarza pasze, dla których ustanowiono limit pozostałości.

Jeśli firma certyfikowana GMP+ przetwarza lub transportuje produkty (pasze je zawierające), dla których ustanowiono szczegółowy limit bezpieczeństwa w tabeli w § 2.2, 2.3 i § 2.4, musi być znany procent przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych dla linii, na których produkty te są przetwarzane, produkowane lub transportowane. Jeśli firma certyfikowana GMP+ posiada takie linie produkcyjne, musi dokonywać pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przynajmniej raz na dwa lata.

Gdy przetwarzany lub transportowany jest jakiś inny produkt, który może dać pozostałości w produktach zwierzęcych, firma certyfikowana GMP+ musi dokonać pomiaru pozostałości poprodukcyjnych przynajmniej raz.

Poziom przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych musi być zmierzony ponownie w przypadku istotnych zmian instalacji.

3.2.3. 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 4.

Aby uzyskać lepszą gwarancję, że faktyczne poziomy pozostałości nie przekraczają wyliczonych (oczekiwanych) poziomów, firma może wykorzystać w kalkulacji kolejności produkcji tak zwany współczynnik bezpieczeństwa. Stosując współczynnik bezpieczeństwa w kalkulacji firma certyfikowana GMP+ może zmniejszyć częstotliwość weryfikacji. Więcej na ten temat – patrz § 3.2.4.

Domyślny współczynnik bezpieczeństwa wynosi „3”. Jednakże w tabelach w § 3.2.5 dla szeregu krytycznych dodatków do pasz i weterynaryjnych produktów leczniczych ustalono inne współczynniki bezpieczeństwa.



+ Wskazówka:

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

3.2.4. Zatwierdzenie i okresowa weryfikacja (monitoring)

Zatwierdzenie

Każda wyliczona sekwencja produkcji musi być prawidłowo zatwierdzona pod kątem skuteczności kontrolowania poziomów pozostałości. Należy pobrać i zbadać przynajmniej 2 próby (paszy zawierającej produkty, dla których ustalono limity pozostałości w tabelach w § 2.2, § 2.3 i § 2.4).

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

Weryfikacja

Dla potwierdzenia ciągłej skuteczności stosowanej kolejności produkcji, firma certyfikowana GMP+ musi to monitorować, poprzez analizy poziomów pozostałości w odpowiedniej paszy:

- a) Gdy w wyliczeniu kolejności produkcji nie jest stosowany współczynnik bezpieczeństwa: należy badać cztery próby na rok.
- b) Gdy stosuje się współczynnik bezpieczeństwa przy wyliczaniu kolejności produkcji: należy badać dwie próby na rok.

+ Wskazówka:

Firma certyfikowana GMP+ ma tutaj wybór. Jeśli stosowany jest współczynnik bezpieczeństwa, minimalna częstotliwość monitoringu jest niższa.

Weryfikacji należy dokonywać poprzez analizy poziomów pozostałości danego weterynaryjnego produktu leczniczego lub dodatku paszowego. Jeśli w produkcji używa się więcej niż jednego weterynaryjnego produktu leczniczego lub dodatku paszowego, należy badać w ramach weryfikacji ten z najwyższym współczynnikiem bezpieczeństwa.

Analiza musi być przeprowadzona przez laboratorium zatwierdzone (patrz TS 1.2 *Zakupy*). Granica oznaczalności stosowanej metody analizy musi być odpowiednia dla wydania decyzji, czy ustalony system kolejności produkcji jest wystarczający.



3.2.5. Dodatkowe informacje o współczynniku bezpieczeństwa

Nazwy kokcydiostatyków i histomonostatyków, które zostały zbadane za pomocą tak zwanego testu przylegania do ścian	Producent	Współczynnik bezpieczeństwa	
		Świnie	Pozostałe
Mieszanka narazyny i nikabrazyny			
Maxiban G 160 premiks	Elanco GmbH	3	1
Sól sodowa lasalocidu			
Avatec 15% CC	Zoetis Belgium S.A.	1	1
Chlorowodorek robenidyny			
Cycostat 66G	Zoetis Belgium S.A.	1	1
Sól sodowa monenzyny			
Elancoban G200 premiks	Elanco GmbH	1	1
Coxidin (5 1 701)	Huvepharma NV Belgium	1	1
Narazyna			
Monteban G100 premiks	Elanco GmbH	1	1
Bromowodorek halofuginonu (764)			
Stenorol	Huvepharma NV Belgium	1	1
Diklazuril			
Clinacox 0,5 % Premiks	Elanco GmbH	2	2
Sól sodowa salinomycyny			
Sacox 120 microGranulate	Huvepharma NV Belgium	1	1



4. Metody pomiaru pozostałości poprodukcyjnych

4.1. Wprowadzenie

Przy pomiarze przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych firma certyfikowana GMP+ musi stosować procedury opisane w tej części dokumentu.

Raport z pomiaru przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych musi spełniać dodatkowe warunki. Patrz § 'Raport' poniżej.

Uwaga: Jest dopuszczalne, aby firma certyfikowana GMP+ odeszła od metod tu opisanych, o ile nie są naruszane zasady określone w § 4.2 i można wykazać, że otrzymane wyniki będą ekwiwalentne.

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

4.2. Ogólne podstawowe zasady dotyczące pomiaru przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych

Przy dokonywaniu pomiaru przenoszenia pozostałości dodatków w instalacji należy wcześniej ustalić, za pomocą schematu przepływów (graficzny obraz np. zakładu) i opisu faktycznej sytuacji w zakładzie, w których częściach zakładu może występować przenoszenie pozostałości poprodukcyjnych.

Podstawową zasadą przy określaniu przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych w firmie jest fakt, że stopień pozostałości poprodukcyjnych wynikający z przepływów zwrotnych jest znany i kontrolowany.

Punkty z pozostałościami poprodukcyjnymi

Przenoszenie pozostałości poprodukcyjnych w zakładzie (mieszalni pasz) może występować w następujących procesach:

1. **Napełnianie zbiorników z premiksami**

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



W transporcie mechanicznym, takim jak taśmociągi, podnośniki i przenośniki ślimakowe, pozostałości poprodukcyjne występują zawsze i należy je mierzyć. Należy również uwzględnić odpowiednio długie czasy przestoju (10 minut).

W przypadku napełniania zbiorników metodą pneumatyczną z osobnym filtrem dla każdego zbiornika, nie ma potrzeby zajmować się przenoszonymi 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 nieakceptowalne poziomy pozostałości.

2. Linia dozowania, rozdrabniania i mieszania

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

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

3. Linia prasowania

W linii 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 przechowywania, załadunku i transportu produktu końcowego istotne będą jedynie pozostałości poprodukcyjne krytycznych dodatków paszowych 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 przetwarzania odsiewów z 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 niepożądanych pozostałości poprodukcyjnych krytycznych dodatków i weterynaryjnych produktów leczniczych, firma certyfikowana GMP+ może zastosować następujące działania:

- a) opracowanie obowiązkowej kolejności produkcji (działań)
- b) dodatkowe środki kontroli w przypadku zmian produktu
- c) produkcja paszy z krytycznymi dodatkami lub weterynaryjnymi produktami leczniczymi na innej linii produkcyjnej
- d) przestawienie produkcji na mniej krytyczne substancje.

Punkty pomiaru przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych

Głównymi przyczynami przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych są dozowanie / rozdrabnianie / mieszanie oraz prasowanie. Poziom przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych musi być znany, jeśli na danej linii produkowane są zarówno pasze zawierające krytyczne dodatki i weterynaryjne produkty lecznicze oraz pasze z ustalonymi maksymalnymi poziomami pozostałości. W celu ustalenia ich w sposób wiarygodny należy uwzględnić następujące punkty pomiarowe:

Po mieszalniku, lecz najbliżej mieszalnika jak to możliwe, dla pomiaru produktu opuszczającego mieszalnik:

- a. przy wejściu do komory zawierającej sprasowaną mączkę przy produkcji granulatu lub komory zawierającej produkt końcowy przy produkcji mączki, dla celów pomiarów przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych na linii dozowania / rozdrabniania / mieszania
- b. przy wejściu do komory zawierającej produkt końcowy granulowany, do pomiarów przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych dla linii prasującej

Ustalony w ten sposób poziom przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych jest uważany za poziom dla instalacji.

Raport

Właściwe raportowanie dotyczące pomiaru jest istotne dla wykorzystania wyników w sposób jednoznaczny, przy ustalaniu środków kontroli i podczas nadzorowania ich prawidłowego wdrożenia. Musi ono być oparte na dobrze przemyślanym i odpowiednio opisanym protokole, który należy wcześniej omówić z osobami mającymi go wykorzystywać przy wdrażaniu wniosków. Należy zatem umieścić w nim przynajmniej następujące dane:

- i. data
- ii. kto jest odpowiedzialny za pomiary przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych
- iii. opis używanej metody
- iv. plan instalacji z zaznaczeniem na planie:
 - a) linii rozdrabniania, mieszania i prasowania, które były przedmiotem pomiarów
 - b) miejsca, w których dodawana była substancja pomiarowa
 - c) punkty pobierania prób
- v. ilość i wielkość prób
- vi. przerwy czasowe pomiędzy pobieranymi próbkami
- vii. wyniki analiz



- viii. prawidłowe wyliczenia pozostałości poprodukcyjnych
- ix. wszelkie wstępne przygotowanie próby, takie jak rozdrabnianie, ujednocianie, rozdzielanie i/lub łączenie

Nowe substancje pomiarowe

Nowe substancje pomiarowe muszą być dopuszczone na podstawie oceny zawierającej ich zatwierdzenie w odniesieniu do metody referencyjnej. Raport zatwierdzający musi zawierać przynajmniej następujące elementy:

- i. nazwa i dane adresowe wnioskującego i jednostki dokonującej pomiaru;
- ii. uzasadnienie / opis problemu
- iii. charakterystyka obejmująca
 - a) Instalację paszową przewidzianą do użycia (łącznie z mieszalnikiem/ instalacją prasującą/ chłodziarką);
 - b) Referencyjne substancje pomiarowe i substancje pomiarowe podlegające badaniu;
 - c) Plan pobierania prób dla prób z różnych partii płuczających;
 - d) Przygotowanie próby w laboratorium;
 - e) Metodę analizy, która będzie użyta;
 - f) Metody statystyczne, które będą wykorzystane
- iv. wyniki analiz
- v. statystyczne przetworzenie wyników analiz
- vi. wnioski
- vii. referencje

Raport może być przekazany do GMP+ International w celu oceny przez panel ekspertów.



4.3. Procedura ustalania przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych w produkcji mieszanek paszowych przy użyciu tlenku manganu oraz mieszanki wysokobiałkowej i niskobiałkowej

1. ZAKRES STOSOWANIA

Procedura pomiaru została opracowana w celu ustalania przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych w firmach produkujących mieszanki paszowe. Ustala się osobno przenoszenie pozostałości poprodukcyjnych dla linii dozujących surowce oraz przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych dla składników dodawanych poprzez premiksy.

Dzięki pobieraniu prób w różnych miejscach procesu produkcyjnego, można uzyskać wgląd w poziom pozostałości poprodukcyjnych w instalacji produkcyjnej (na przykład rozdrabniania / linii mieszania do komory na sprasowaną mączkę lub prasy / linii chłodzenia). Metoda ta 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 przedostaje się do następnych partii.

Poziom pozostałości poprodukcyjnych

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

3. ZASADY PROCEDURY POMIARU

Procedura pomiaru polega na wyprodukowaniu na tej samej linii produkcyjnej najpierw 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 działania linii produkcyjnej 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 poprodukcyjnych.

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



4. SPRZĘT I NARZĘDZIA

Do przeprowadzenia procedury pomiaru niezbędne są:

- a. tlenek manganu w ilości odpowiadającej 0,4% zwyczajowej wielkości partii
 - b. (w miarę możliwości) czerpak do pobierania prób w kształcie łyżki
 - c. dwa pojemniki do gromadzenia prób cząstkowych
 - d. pojemniki lub woreczki na próby, które mogą pomieścić przynajmniej 200 g materiału.
- Jeśli pomiar pozostałości poprodukcyjnych jest dokonywany w dwóch miejscach linii produkcyjnej, wówczas zazwyczaj wystarczy 20 pojemników na próby (tylko 14 prób będzie faktycznie badanych)

5. WYMAGANE DANE O FIRMIE

Muszą być znane następujące dane o firmie, w której będzie przeprowadzona procedura pomiaru:

- a. schemat przepływów dla instalacji produkcyjnej
- b. sposób przygotowania 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. PRZEPROWADZENIE PROCEDURY POMIARU

6.1.a. Przygotowanie mieszanki sojowej bogatej w białko i mangan

Mieszanka sojowa (o wielkości typowej partii) składa się z 92% śruty sojowej, 4% tłuszczu/oleju, 3% melasy trzcinowej, 0,4% tlenku manganu oraz 0,8% fosforanu dwuwapniowego (lub węglanu wapnia albo soli). Mieszanka jest porcjowana, rozdrabniana, mieszana i granulowana w zwyczajowy sposób. Po dodaniu melasy i tłuszczu/oleju 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 przejść taką samą drogę jak premiks. Tlenek manganu jest więc porcjowany i podawany do urządzenia odważającego premiksy lub do podajnika 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 musi spełniać następujące wymogi:

1. Poziom Mn przynajmniej 50%
2. rozmiar cząstki: 100% powinno być mniejszych niż 0,2 mm.

Zazwyczaj węglan wapnia, 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 premiks, a dopiero później porcjowane są kolejne produkty.

Dla procedury pomiaru najpierw odmierza się 0,4% tlenku manganu a następnie 0,8% węglanu wapnia, 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 przenosi się mieszankę umieszczając ją w pustym zbiorniku do prasowania paszy i granuluje (próbka).

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

6.1.b. Pobieranie prób 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 ubogiej w białko i mangan

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

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

Czas mieszania liczy się od momentu dodania fosforanu paszowego do mieszanki. Następnie przenosi się mieszankę umieszczając ją w (pustym) zbiorniku na prasowaną mączkę (próba) i granuluje (próba).

6.2.b. Pobieranie prób mieszanki kukurydzianej

Należy pobrać następujące próby mieszanki kukurydzianej:

- a) próbę kukurydzy (i ewentualnie pszenicy) użytych do utworzenia mieszanki
- b) sześć prób z mieszanki kukurydzianej przy wlocie do zbiornika do prasowania mączki
- c) sześć prób z mieszanki kukurydzianej przy wlocie do zbiornika na produkt końcowy.

Procedura pobierania próbek jest istotna dla próbek w punkcie b) i c). W szczególności, pierwsza część mączki lub granulek z partii będzie miała wyższy poziom białka i tlenu 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 intensywnością 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:

1. przez pierwsze 30 sekund należy pobrać jak najwięcej prób cząstkowych i zebrać je w pojemniku; z nich sporządzana jest jedna zmieszana próba
2. podczas kolejnych 30 sekund: tak samo
3. następnie w ciągu każdych 30 sekund należy pobrać próbę losową z przepływu do zakończenia przepływu mączki.



Należy odnotować ogólny czas przepływu partii mączki i zachować 6 prób, czyli trzy próby pobrane jako pierwsze oraz trzy spośród pozostałych.

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

7. podczas pierwszej minuty należy pobrać jak najwięcej prób cząstkowych i zebrać je w pojemniku; z nich sporządzana jest jedna zmieszana próba
8. podczas drugiej minuty: tak samo
9. następnie w każdej minucie należy pobrać próbę losową z przepływu, do czasu zakończenia przepływu granulatu.

Uwaga: jeśli przepływ granulatu nie jest ciągły, należy uwzględnić "faktyczny" czas jego trwania.

Należy odnotować ogólny czas przepływu w tym przypadku i zachować 6 prób, czyli trzy próby pobrane jako pierwsze oraz trzy spośród pozostałych.

6.3 Przetwarzanie mieszanki sojowej w mieszance paszowej

Przy niskich poziomach pozostałości poprodukcyjnych poziom manganu w mieszance sojowej wynosi około 2.000 mg/kg. Przy przetwarzaniu 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 PRÓB

Łącznie pobrano 14 (lub ewentualnie 15) prób:

- 1 próba granulatu sojowego (+ Mn) = A
- 1 próba czystej kukurydzy (+ ewentualnie pszenicy) = B
- 6 prób mieszanki kukurydzianej (zbiornik do prasowania mączki) = C (1 do 6)
- 6 prób mieszanki kukurydzianej (zbiornik na produkt końcowy) = D (1 do 6)

Wszystkie próbki są analizowane na zawartość CP i Mn.

Połowa próbek mączki mieszanki kukurydzianej oraz granulowanej mieszanki kukurydzianej analizowana jest na wilgotność w celu ustalenia, czy poziom wilgotności zmienił się podczas procesu granulowania. Jeśli poziom wilgotności zmienił się wyraźnie podczas granulowania, poziomy CP i Mn granulowanej mieszanki kukurydzianej powinny zostać skorygowane zgodnie z poziomem wilgotności w mączce mieszanki kukurydzianej.

**8. WYLICZENIE PROCENTOWYCH POZIOMÓW POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH**

Procentowe poziomy pozostałości poprodukcyjnych mogą być wyliczone z poziomów CP i Mn w pobranych próbach. Zakładając, że w badaniach uzyskano następujące poziomy:

Granulat sojowy: 420 gramów CP oraz 2,006 mg Mn/kg

Czysta kukurydza: 86 gramów CP oraz 4 mg Mn/kg

próby mieszanki kukurydzianej (powyżej komory na sprasowaną mączkę)

1.	próba zmieszana (0.5 min.)	160 gramów CP	i	400 mg Mn/kg
2.	próba zmieszana (0.5 min.)	100 gramów CP	i	60 mg Mn/kg
3.	próba losowa	90 gramów	i	27 mg
4.	próba losowa	85 gramów (śr. 88)	i	30 mg (śr. 28)
5.	próba losowa	88 gramów	i	28 mg
6.	próba losowa	89 gramów	i	27 mg

Łączny czas trwania przepływu mączki do zbiornika na sprasowaną mączkę = 5.5 min.

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

$$\text{CP} = 0,92^* 86 + 0,03^* 40 = 80,3 \text{ gramów/kg}$$

$$\text{Mn} = 0,92^* 4 + 0,03^* 25 = 4,4 \text{ mg /kg}$$

Średnie poziomy CP i Mn w mieszance kukurydzianej są wyliczone w sposób następujący:

$$\text{CP} = 0,5/5,5^* 160 + 0,5/5,5^* 100 + 4,5/5,5^* 88 = 95,6 \text{ gramów/kg}$$

$$\text{Mn} = 0,5/5,5^* 400 + 0,5/5,5^* 60 + 4,5/5,5^* 28 = 64,7 \text{ mg/kg}$$

(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 $5.5 - 2 \times 0.5 = 4.5$ minuty).

Procent pozostałości poprodukcyjnych (Vs-%) można teraz obliczyć w sposób następujący:

$$\text{Vs-\%} = \frac{\text{Średni poziom w mieszance kukurydzianej} - \text{oczekiwany poziom w mieszance kukurydzianej}}{\text{Średni poziom w granulacie sojowym} - \text{oczekiwany poziom w mieszance kukurydzianej}} \times 100$$

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

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

$$\text{i dla Mn} = \frac{64,7 - 4,4}{2.006 - 4,4} \times 100 = \frac{6.030}{2.00,6} = 3\%$$



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

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

Procent pozostałości poprodukcyjnych dla Mn daje indykację odnośnie pozostałości poprodukcyjnych składników z premiksu.

9. POMIAR JEDNORODNOŚCI

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

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

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

Jeśli jednak próby 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 CP i 5 mg Mn/kg dla mieszanki kukurydzianej (czystej) oraz 400 gramów CP i 1,800 mg Mn/kg dla mieszanki sojowej.

Tabela 1 Wpływ pozostałości poprodukcyjnych na poziomy Mn oraz białka w mieszance kukurydzianej.						
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						
CP z paszy podstawowej	80	79,2	77,6	76	72	68
Z soi	0	4	12	20	40	60
	80	83,2	89,6	96	112	128



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

Dla sześciu przewidzianych do badania prób kukurydzy zakłada 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 sześciu próbach 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 CP, z drugiej strony, białko daje lepsze wyniki niż Mn.

Tabela 2: Wyniki analizy dokładności pomiaru procentowego pozostałości poprodukcyjnych				
				Mieszanka kukurydziana
Poziom pozostałości poprodukcyjnych		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 %*
CP	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 CP/kg (wariancja 392-408, przy niskim CP w kukurydzy wylicza się wysoki poziom CP w soi, i vice versa).				



4.4. Procedura testowania dla pomiaru pozostałości poprodukcyjnych instalacjach dla premiksów i dodatków paszowych

1. SYSTEM

Metoda mierzenia poziomu pozostałości poprodukcyjnych w instalacjach dla premiksów i dodatków paszowych odpowiada w zakresie systematyki metodzie opisanej w rozdziale 4.2

2. PROCES PRZENOSZENIA POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH

- a. Proces przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych, które mają być zmierzone dotyczy punktu, w którym dodatki i/lub weterynaryjne produkty lecznicze są dodawane do pasz luzem lub przy workowaniu.
- b. Pomiar pozostałości poprodukcyjnych musi być przeprowadzony osobno dla każdej linii produkcyjnej w instalacji.
- c. Pomiar musi być przeprowadzony na ilości mieszanki równej najmniejszej partii, jaka może być w praktyce wyprodukowana na danej linii produkcyjnej.

3. UŻYWANA SUBSTANCJA ZNACZNIKOWA

Do pomiaru pozostałości poprodukcyjnych używa się następującej substancji znacznikowej: mikroznaczniki FSS-Lake i F-Lake

4. USTALENIE POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNYCH

Pomiar polega na potraktowaniu mieszanki, do której przenoszą się pozostałości poprodukcyjne jako całości. Oznacza to, że punktem wyjścia jest średni poziom pozostałości w tej mieszance. Pozostałości poprodukcyjne są mierzone w sposób następujący:

- a. ponowne wymieszanie całej mieszanki
- b. pobranie i poddanie analizie 5 prób z tej mieszanki (V1 do V6). Średni poziom jest wyliczany na tej podstawie.
- c. Pozostałości poprodukcyjne są wyliczane według wzoru:

(średnia ilość w mieszance, w której występują pozostałości)

_____ x 100%

(poziom w poprzedniej mieszance, z której pochodzą pozostałości)



4.5. Procedura sprawdzania dokładności procesu produkcji mieszanki paszowej przy użyciu mikroznaczników

1. ZAKRES STOSOWANIA

Niniejsza procedura może być stosowana w przemyśle produkcji pasz dla określania jednorodności w premiksach i mieszankach paszowych lub jakichkolwiek innych mieszankach cząsteczek. Przy odpowiednim wcześniejszym przygotowaniu może ona być także stosowana w szerokim zakresie matryc, jak pasze granulowane lub pasze ekstrudowane.

Procedura ta może być także wykorzystywana do określenia pozostałości poprodukcyjnych przenoszonych do kolejnych partii.

2. DEFINICJE

Cząstki mikroznacznika:	Bardzo drobne elementarne cząsteczki żelaza pokryte nietoksycznym barwnikiem spożywczym (np. cząstki Microtracer® - Lake). Kolor nie jest widoczny w paszy i jest wywoływany w trakcie analizy, aby uwidocznić barwę.
Cząstki F :	Cząstki mikroznacznika o średniej 25.000 cząstek na gram.
Cząstki FS:	Cząstki mikroznacznika o średniej 50.000 cząstek na gram.
Cząstki FSS :	Cząstki mikroznacznika o 600.000 cząstek na gram.
Premiks z mikroznacznikiem:	Preparat złożony z cząstek mikroznacznika i wapienia lub innych właściwych nośników. Jest on używany do wprowadzenia mikroznacznika do linii produkcyjnej paszy, w ten sam sposób, w jaki mikroskładniki są wprowadzane do partii testowej w zakładzie produkcyjnym. Każdy premiks z mikroznacznikiem jest dostarczany przez producenta ze świadectwem analizy.
Detektor obrotowy :	Obrotowe stałe urządzenie magnetyczne służące do ilościowego oddzielania małych cząstek magnetycznych.

3. ZASADA

Aby sprawdzić jednorodność paszy i przeniesione pozostałości poprodukcyjne należy zbadać dwie kolejne partie. Mikroznaczniki są dodawane jedynie do pierwszej partii. Są one dodawane do paszy na linii produkcyjnej tak samo jak inne mikroskładniki. Zwyczajowy skład mieszanki i procedura produkcji nie muszą być modyfikowane do celów badania. Należy dopilnować, aby w dodawanym premiksie nie znajdował się żaden dodatkowy mikroznacznik (np. do oznakowania). Dla określenia jednorodności próby są pobierane bezpośrednio po mieszalniku i z każdego rodzaju paszy końcowej (np. śruty i/lub granulatu) na końcu linii produkcyjnej. Dla pomiarów przeniesionych pozostałości poprodukcyjnych próby pobiera się z drugiej partii paszy, do której nie dodano mikroznacznika.

Próby są badane na zawartość mikroznacznika poprzez oddzielenie cząstek magnetycznych za pomocą stałego obrotowego urządzenia magnetycznego - detektora obrotowego.



Aby odróżnić mikroznacznik od innych cząstek magnetycznych, kolor cząstek mikroznacznika zostaje uwidoczniony, co umożliwi ich policzenie przy użyciu chromatografii. Liczba cząstek mikroznacznika monitoruje bezpośrednio jakość mieszania i odpowiednio ilość przeniesionych pozostałości poprodukcyjnych.

Obie partie mogą być wykorzystane jako pasza ponieważ cząsteczki mikroznacznika nie są toksyczne i nie zabarwiają paszy.

Dodatkowe wyjaśnienie: Nawet silne magnesy nie muszą być wyłączane przy badaniu, gdyż mogą one obniżyć stopień odzyskiwania, ale nie mają wpływu na rozkład mikroznacznika.

4. WYMAGANE INFORMACJE O FIRMIE

Przed rozpoczęciem procedury należy zapewnić następujące informacje:

1. schemat przepływów dla instalacji produkcyjnej, aby zaznaczyć gdzie dodawany jest premiks z mikroznacznikiem i gdzie pobierane są próby
2. planowany rozmiar partii
3. właściwy nośnik do przygotowania premiksu z mikroznacznikiem

Następujące informacje będą niezbędne w czasie pobierania prób:

4. wydruki z komputera lub kopie zawierające:
 - a) skład mieszanki paszowej
 - b) rozmiar partii wymagany zgodnie z danymi komputerowymi
 - c) faktyczną wielkość partii zgodnie z protokołem dla partii
5. lub, jeśli linia nie jest skomputeryzowana:
 - a) nazwa i numer towaru dla mieszanki paszowej
 - b) wyliczona wielkość partii (otrzymywana przez zsumowanie wag wszystkich składników)
 - c) odczyt faktycznej wielkości partii.

Następujące informacje są niezbędne dla wyliczenia wielkości partii dla mieszalnika i wielkości partii produktu końcowego:

6. waga i miejsce dodawania składników ciekłych (melasa, winiasa itp.)
7. waga i miejsce dodawania tłuszczów itp.
8. punkty dodawania tych składników muszą być zaznaczone na schemacie blokowym.

5. PLANOWANIE BADANIA

Przed pobraniem prób badanie musi być dokładnie zaplanowane. W przypadku partii niewielkich rozmiarów (poniżej 100kg), można dodawać czysty mikroznacznik FSS, w razie większych partii jest on dodawany jako premiks. Stężenie i ilość premiksu z mikroznacznikiem muszą zostać dobrane tak, aby pozwalały na policzenie w trakcie analizy 100-200 cząstek na próbę na jednym papierze filtracyjnym. Do przygotowania premiksu niezbędne są następujące wyliczenia:



5.1 JEDNORODNOŚĆ (PARTIA 1)

Dozowanie cząstek mikroznacznika:

Potrzebne dane:

- a) dokładność podlegająca sprawdzeniu (np. 1:100 000)
- b) ilość premiksu z mikroznacznikiem [g]
- c) wielkość partii mieszanki badanej [g]
- d) liczba cząstek mikroznacznika na gram (ze świadectwa analizy)

Wyliczenia:

- e) waga czystego mikroznacznika do dodania:
wielkość partii × dokładność = waga mikroznacznika [g] do dodania do premiksu z mikroznacznikiem. Gotowy premiks z mikroznacznikiem jest dodawany do pierwszej partii. (Niewielka ilość jest zachowywana do analizy w trakcie przygotowywania premiksu).
- f) łączna liczba dodanych cząstek mikroznacznika jest wyliczana:
waga mikroznacznika [g] × liczba cząsteczek mikroznacznika na gram = liczba dodanych cząstek mikroznacznika
- g) teoretyczne stężenie cząstek mikroznacznika w paszy z pierwszej partii:
liczba dodanych cząstek / wielkość partii = ilość cząstek mikroznacznika w gramie paszy

Przykład:

1. dokładność podlegająca sprawdzeniu: 1: 100 000
2. waga dodawanego premiksu z mikroznacznikiem: 4000 g
3. wielkość partii mieszanki badanej 1000 kg = 1 000 000 g
4. mikroznacznik FSS ma około 600 000 cząstek na gram

Wyliczenia :

- h) waga mikroznacznika do dodania: $1\ 000\ 000\ \text{g} \times 1:100\ 000 = 10\ \text{g}$.
Premiks z mikroznacznikiem jest przygotowywany z 10 g mikroznacznika FSS i 3990 g wapienia (lub innego nadającego się nośnika).
- i) łączna liczba cząstek: $10 \times 600\ 000 = 6.000.000$ cząstek. Gotowy premiks z mikroznacznikiem jest dodawany do pierwszej 1000 kg partii badanej podczas produkcji paszy.
- j) teoretyczne stężenie w pierwszej partii : $6\ 000\ 000 / 1\ 000\ 000\ \text{g} = 6$ cząstek na gram paszy.

Wielkość próby do analizy mikroznacznika:

Wielkość próby do każdej analizy mikroznacznika jest dobierana tak, aby uzyskać 100 – 200 cząstek na papier filtracyjny.

Przykład:

W podanym przykładzie próby o wielkości 20 g powinny zawierać $20\ \text{g} \times 6$ cząstek na gram = 120 cząstek, które mogą być łatwo policzone na jednym papierze filtracyjnym.

Pobieranie prób z linii produkcyjnej:

Aby określić jednorodność, próby z partii 1 są pobierane bezpośrednio po mieszalniku lub, jeśli to technicznie niemożliwe, bezpośrednio z mieszalnika oraz z każdego rodzaju paszy końcowej na końcu linii produkcyjnej. Z każdego miejsca pobiera się ok. 20 prób (np. po mieszalniku próby oznaczone HM1 – HM20 i z końcowego produktu HF1 – HF20) rozłożonych możliwie równomiernie w czasie przebiegu całej partii.

Wielkość próby powinna umożliwić wykonanie analizy każdej próby przynajmniej trzy razy. Zazwyczaj powinna wystarczyć próba o wielkości 100 g.

5.2 POZOSTAŁOŚCI POPRODUKCYJNE (PARTIA 2)Nie dodaje się cząstek mikroznacznika:

Aby sprawdzić poziom przeniesionych pozostałości poprodukcyjnych nie dodaje się cząstek mikroznacznika do drugiej, kolejnej partii paszy. Partia ta powinna przejść taką samą drogę na linii produkcyjnej (np. ten sam zbiornik, te same pasy transmisyjne), jak partia 1 na jednorodność. Zmierzony zostaje poziom pozostałości cząstek mikroznacznika z pierwszej partii.

Wielkość próby do analizy mikroznacznika:

Zazwyczaj oczekuje się bardzo niewielkiej ilości cząstek mikroznacznika. Analizuje się około 400 – 1000 g z każdej próby. Ponieważ najwyższego poziomu pozostałości poprodukcyjnych należy oczekiwać w pierwszych trzech próbach, analizuje się około połowy wagi próby z prób C 1 – C 3 (patrz punkt 9).

Pobieranie prób z linii produkcyjnej:

Ok. 20 prób (C1 – C20) jest pobieranych z każdego rodzaju paszy końcowej na końcu linii produkcyjnej, rozłożonych równomiernie na cały czas wypływu. Poziom pozostałości poprodukcyjnych powinien być najwyższy w pierwszych próbach, a bardzo niski na końcu. Zwykle wystarczająca wielkość próby to 400 – 1000 g.

5.3 DODATKOWE MIEJSCA POBIERANIA PRÓB

Jeśli potrzebne jest pobieranie prób w dodatkowych miejscach, próbobranie powinno być zaplanowane zgodnie z celem pomiaru, w oparciu o zasady ustalone w § 5.1 i § 5.2.

Znacznik i stężenie	Wielkość próby na jednorodność (z partii 1)	Wielkość próby na przeniesione pozostałości poprodukcyjne (z partii 2)
FSS 10 ppm	ca. 100g	ca. 400-1000g
FS 100 ppm	ca. 100g	ca. 400-1000g
F 100 ppm	ca. 100g	ca. 400-1000g



6. SPRZĘT I NARZĘDZIA

Do pobrania prób w zakładzie produkcyjnym potrzebne będzie:

- do badania jednorodności: ok. 40 małych plastikowych woreczków na próby (200 ml), zaopatrzonych w kod próby.
- do badania przeniesionych pozostałości poprodukcyjnych: ok. 20 dużych woreczków plastikowych (2000 ml), zaopatrzonych w kod próby.
- dla każdego dodatkowego miejsca pobierania prób: ok. 20 woreczków plastikowych (objętość zależy od spodziewanego stężenia mikroznacznika), zaopatrzonych w kod próby.
- odpowiednie narzędzia do pobierania prób (np. mały i duży czerpak do pobierania prób w woreczki).

Do analizy zawartości mikroznacznika:

- patrz punkt 9

7. POBIERANIE PRÓB Z LINII PRODUKCYJNEJ

Premiks z mikroznacznikiem jest przygotowywany w stężeniu zaplanowanym w punkcie 5 i dodawany do mieszalnika w taki sam sposób, w jaki dodaje się mikroskładniki w procesie produkcyjnym (np. zbiornik do mikrodozowania, bezpośrednio do mieszalnika lub poprzez ręczne dodawanie do mieszalnika). Próby są pobierane zgodnie z planem (patrz punkt 5) i przechowywane prawie bez dostępu powietrza w woreczkach plastikowych.

Pobranie prób musi być zarejestrowane w protokole z pobrania prób zawierającym:

- a) datę pobrania prób
- b) nazwisko osoby pobierającej próby
- c) dane dotyczące partii (patrz punkt 5)
- d) liczbę prób
- e) miejsce, z którego próby zostały pobrane
- f) kody prób
- g) wszelkie inne właściwe informacje

Próby są przechowywane w suchym pomieszczeniu w temperaturze pokojowej (o ile nie ma specjalnych wymogów) i przekazywane do laboratorium we właściwym czasie.

8. PRZYGOTOWYWANIE PRÓB

Jeśli pobierane próby nie są w formie mączki (np. pasza granulowana lub ekstrudowana), próby muszą być rozdrobnione w odpowiednim młynku (np. młynek Retsch, sito 1 mm).

Próby muszą zostać rozdrobnione w kolejności rosnącej oczekiwanej zawartości mikroznacznika, tzn. poczynając od ostatnich prób z partii 2. W partii 1 kolejność mielenia nie jest ważna, ponieważ wszystkie próby powinny zawierać taką samą ilość cząstek mikroznacznika.

Należy dokładnie wyczyścić młynek po każdej próbie: użyć sprężonego powietrza, wyjąć odpowiednie części, wymieść pozostałości za pomocą szczotki lub ręcznej miotłki i/lub użyć odkurzacza. Niedopuszczalne są jakiegokolwiek pozostałości materiału z poprzedniej próby.



9. OZNACZANIE CZĄSTEK MIKROZNACZNIKA

Sprzęt:

1. Detektor obrotowy
2. Sprzęt demagnetyzujący
3. Rękawice
4. Papier i ołówek
5. Odpowiednie naczynie i łyżka stołowa do ważenia
6. Waga
7. Mały papier filtrujący, średnica 70 mm
8. Duży papier filtrujący, średnica 180 mm lub więcej, np. DIN A4
9. Szczotka wachlarzowa
10. Miska na roztwór wywołujący
11. Odpowiedni papier absorbcyjny
12. Pęsety
13. Płyta grzewcza (110°C)

Chemikalia:

Roztwór wywołujący: 7 % roztwór węgla sodowego.

Kolejność analiz:

W laboratorium próby są analizowane w kolejności spodziewanej rosnącej liczby cząstek mikroznacznika, czyli od C20 do C1 i od H1 do H20 (tutaj kolejność nie ma znaczenia).

Wielkość próby do badania:

1. przeniesione pozostałości poprodukcyjne:
Dla analizy na przeniesione pozostałości poprodukcyjne wielkość próby powinna wynosić około 400 g do 1000 g. Im niższy jest spodziewany poziom przeniesionych pozostałości, tym większa powinna być próba.
Przykład: Dla spodziewanego poziomu pozostałości poniżej 1% powinny być badane próby o wielkości około 800 g do 1000 g. Aby ustalić prawidłową wagę próby należy zbadać 500 g z próby ze środka strumienia przepływu paszy (np. próbę C10). Policzyć cząstki i dostosować wagę tak, aby w miarę możliwości było w niej minimum 30 cząstek. Jeśli trzeba, należy odważyć mniej (może połowę, tj. 250 g) dla pierwszych trzech prób z najwyższym spodziewanym poziomem pozostałości, ponieważ liczba policzonych cząstek nie powinna przekroczyć 200 sztuk na filtr. Dla instalacji z oczekiwanym bardzo niskim poziomem przeniesionych pozostałości, liczba policzonych cząstek na próbę może być mniejsza niż 30.
2. Jednorodność:
Wielkość prób została oszacowana w punkcie 4.
Aby sprawdzić, czy waga próby jest właściwa, należy zbadać 20 g z próby ze środka strumienia przepływu paszy (np. próby H10). Policzyć cząstki i dostosować wagę tak, aby na filtrze było policzonych 100 – 200 cząstek. Należy przeanalizować podobną do tej wagę ze wszystkich prób z partii na jednorodność. Nie trzeba dokładnie odważać takiej samej ilości, zasadniczo wystarczy zważyć dwie łyżki stołowe i zanotować ich dokładną wagę.



Wykonanie analizy:

- a) W czasie badania należy używać rękawic.
- b) Umieścić mały papier filtrujący na magnesie detektora obrotowego i włożyć na miejsce górny lejek.
- c) Odważyć z próby ilość, która ma być badana. Zanotować wagę.
- d) Włączyć detektor obrotowy (normalne działanie, patrz instrukcja użytkownika detektora obrotowego).
- e) Przenieść całkowicie próbkę do detektora obrotowego używając czystej szczotki.
- f) Zdjąć górny lejek detektora obrotowego (operacja auto-stop: magnes detektora zatrzymuje się automatycznie).
- g) Włączyć detektor obrotowy na tak zwany "tryb szczotkowania" (detektor obrotowy pracuje przez pięć sekund i znów zatrzymuje się automatycznie). W ciągu tych pięciu sekund czyścić mały papier filtracyjny i krawędź pierścienia mocującego z lekkich frakcji paszy (głównie z cząstek kurzu), używając szczotki.
- h) Zamoczyć całkowicie duży papier filtracyjny w misce z roztworem wywołującym, położyć papier na czystej gładkiej powierzchni roboczej i usunąć nadmiar roztworu wywołującego za pomocą papieru.
- i) Zdjąć pierścień mocujący z magnesu i ostrożnie unieść mały papier filtracyjny z magnesu pionowo do góry, aby nie zgubić cząstek mikroznacznika.
- j) Rozmagnesować cząstki mikroznacznika na małym papierze filtracyjnym: przytrzymać mały papier filtracyjny nad demagnetyzerem w odległości około jednego cm, włączyć demagnetyzer drugą ręką, podnieść mały papier filtracyjny prosto do góry bez wyłączenia demagnetyzera, następnie wyłączyć demagnetyzer.
- k) Przenieść mały papier filtracyjny poziomo ponad duży papier filtracyjny.
- l) Przesypać cząstki mikroznacznika z małego papieru filtracyjnego na duży papier filtracyjny tak, aby każda cząstka była osobno: w tym celu należy przytrzymać cząstki mikroznacznika jednym palcem i przesunąć powoli mały papier filtracyjny nad duży papier filtracyjny, aby rozłożyć cząstki palcem na dużym papierze filtracyjnym. Odwrócić mały papier filtracyjny i postukać w odwrotną stronę małego papieru filtracyjnego, aby usunąć pozostałe cząstki z filtra. Uderzyć raz palcem w krawędź dużego papieru filtracyjnego, aby strząsnąć cząstki, które mogły przylgnąć do palca.
- m) Po około 10 s przenieść duży papier filtracyjny na płytę grzewczą, wywoływanie koloru cząstek mikroznacznika jest zatrzymywane przez ciepło.
- n) Zdjąć duży papier filtracyjny z płyty grzewczej pęsetą, gdy jest on suchy.



- o) Oznakować duży papier filtracyjny ołówkiem.

Uwaga: Po każdej próbie należy wyczyścić miejsce pracy na sucho.

10. OCENA

Każda cząstka mikroznacznika pozostawia ślad w formie kolorowego punktu na dużym papierze filtracyjnym. Liczba kolorowych punktów odpowiada liczbie cząstek. Należy policzyć punkty wzrokowo lub za pomocą odpowiedniego systemu wspomaganego komputerowo (np. TraCo system oceny i ewaluacji obrazu).

Aby uzyskać prawidłowy wynik przeprowadza się ewaluację statystyczną zgodnie z rozkładem Poissona.

1. Ocena jednorodności

Potrzebne są następujące dane statystyczne:

- a) Liczba badanych prób (=n)
- b) Średnia liczba cząstek mikroznacznika w partii 1 (=Xm)
- c) Liczba cząstek mikroznacznika w różnych próbach, skorygowana do rozmiaru próby 20g (=Xn)
- d) Liczba stopni swobody systemu (= n – 1)
- e) Suma kwadratów różnicy pomiędzy liczbą cząstek mikroznacznika w różnych próbach (Xn), a średnią liczbą cząstek mikroznacznika w partii 1 (Xm) daje S.
 $S = \sum (Xn - Xm)^2$.
- f) Wartość Chi kwadrat (=S/Xm)
- g) Prawdopodobieństwo p w % może być wyliczone z chi kwadrat i liczby stopni swobody. np. w Excellu przy użyciu funkcji CHIVERT.
 $p \text{ w } \% = \text{CHIVERT}(\text{chi kwadrat}; \text{liczba stopni swobody}) \times 100$
- h) Odzysk mikroznacznika w %
 $\text{Odzysk mikroznacznika w } \% = Xm \times 100 / \text{liczba cząstek mikroznacznika dodanych do partii 1}$

Wykorzystując prawdopodobieństwo p w %, ocena jednorodności jest definiowana następująco :

- i) jeśli $p \geq 25 \%$ można wnioskować, że mieszanka jest doskonała. Im wartość p jest bliższa 100 %, tym lepsza jest mieszanka.
- j) jeśli $5\% \leq p < 25 \%$ można uważać, że mieszanka jest dobra.
- k) jeśli $1\% \leq p < 5\%$ nie można wyciągać żadnych statystycznych wniosków. Zaleca się powtórzenie badania.
- l) jeśli $p < 1\%$ można stwierdzić, że mieszanka jest niejednorodna.

Odzysk mikroznacznika powinien wynosić $100\% \pm 15\%$. Przyczyny niskiego współczynnika odzysku znajdują się zwykle w samej instalacji produkcyjnej tzn. gdy nie cały premiks z mikroznacznikiem trafia do mieszalnika lub silne magnesy zewnętrzne wyciągają niewielką część mikroznacznika (nie ma to wpływu na wynik badania).

Przykład 1: Mieszanka jednorodna

Próba numer n	Skorygowana liczba policzonych cząstek mikroznacznika X_n	Różnica $X_n - X_m$	Kwadrat różnicy $(X_n - X_m)^2$
1	100	-13	169
2	100	-13	169
3	124	11	121
4	123	10	100
5	104	-9	81
6	121	8	64
7	119	6	36
8	103	-10	100
9	117	4	16
10	115	2	4
	Średnia $X_m = 113$		Suma S = 860

liczba prób : $n = 10$
 liczba stopni swobody : $n - 1 = 9$
 Chi kwadrat: $\text{chi kwadrat} = 860 / 113 = 7.6$
 p w %: $p \text{ w \%} = \text{CHIVERT}(7.6;9) \cdot 100 = 56$

Wynik : Wyliczone prawdopodobieństwo (56 %) jest wyższe niż 25 %. Mieszanka jest doskonała.

Przykład 2: Mieszanka niejednorodna

Próba numer n	Skorygowana liczba policzonych cząstek mikroznacznika X_n	Różnica $X_n - X_m$	Kwadrat różnicy $(X_n - X_m)^2$
1	97	-51	2601
2	153	5	25
3	114	-34	1156
4	184	36	1296
5	58	-90	8100
6	155	7	49
7	115	-33	1089
8	181	33	1089
9	255	107	11449
10	164	16	256
	Średnia $X_m = 148$		Suma S = 27110

liczba prób: $n = 10$
 liczba stopni swobody: $n - 1 = 9$
 Chi kwadrat: $\text{chi kwadrat} = 27110 / 148 = 183$
 p w %: $p \text{ w \%} = \text{CHIVERT}(183;9) \times 100 = 0$

Wynik: Wyliczone prawdopodobieństwo (0 %) jest poniżej 1 %. Mieszanka jest niejednorodna.



Uwagi do oceny danych:

Pierwsze próby z partii 1:

Poziom mikroznacznika w pierwszych próbach z partii 1 może być niższy niż w kolejnych próbach, zależnie od miejsca pobrania prób. Ten efekt jest zwany „negatywnym przenoszeniem pozostałości poprodukcyjnych”, ponieważ pierwsze próby mają większą szansę zmieszania się z produktem z poprzedniej partii, do której nie był dodawany mikroznacznik.

Postępowanie przy znacznie różniących się pojedynczych wartościach:

Jeśli wynik liczenia cząstek w jednej próbie (X_i) różni się o więcej niż 20 % od średniej wszystkich badanych prób (X_m), badanie tej próby należy powtórzyć dwukrotnie. Mogą wówczas wystąpić trzy różne sytuacje:

- a. wyniki wszystkich trzech zliczeń cząstek są do siebie zbliżone (różnica mniejsza niż 20 %), wówczas do kalkulacji jednorodności wybiera się wynik pierwszej analizy z przeprowadzonych trzech.
- b. dwa zliczenia analizowanych cząstek są blisko siebie (różnica mniejsza niż 20%), trzecia analiza daje liczbę cząstek różniącą się o więcej niż 20%. Do wyliczenia jednorodności przyjmuje się pierwszą analizę z dwóch zbliżonych do siebie.
- c. Wszystkie trzy analizy liczby cząstek różnią się od siebie o więcej niż 20%. Oznacza to, że próba jest niejednorodna. Należy zbadać próbę poprzedzającą i następną po danej próbie. Przykład: Próba 5 jest niejednorodna, należy zbadać próbę 4 i próbę 6. Jeśli próby 4 i 6 pasują do oceny jednorodności, próba 5 zostaje wyłączona.

2. Ocena przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych

Następujące dane statystyczne są istotne:

- a) Średnia waga próby w partii 2 ($=w_m$)
- b) Dla każdej próby: średnia ilość cząstek mikroznacznika w_m w partii 2
- c) Oczekiwana ilość cząstek mikroznacznika dla w_m w partii 1 (i.e. 100 % pozostałości poprodukcyjnych)
- d) Dla każdej próby: poziom przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych w %
- e) Średni poziom przenoszenia pozostałości poprodukcyjnych w %

11 RAPORTOWANIE

Należy raportować następujące dane:

- a) informacje dotyczące firmy (*część 4 tego rozdziału*)
- b) dane szczegółowe o pobieraniu prób (*część 7 tego rozdziału*)
- c) jeśli trzeba, informacje o przygotowywaniu prób (*część 8 tego rozdziału*)

Dla każdej grupy prób:

- d) zmierzone i skorygowane wyliczenie cząstek mikroznacznika
- e) odpowiednie dane statystyczne dla jednorodności i pozostałości poprodukcyjnych.



12 LITERATURA

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



5. Metody pomiaru jednorodności mieszanek suchych¹

5.1 Wprowadzenie

Firma certyfikowana GMP+ miesza równomiernie w paszy materiały paszowe, dodatki paszowe i weterynaryjne produkty lecznicze, zgodnie z wymogami określonymi w TS 1.1. *Program wymogów wstępnych* oraz TS 1.10 *Działalność operacyjna*. Pomiar jednorodności mieszanek jest dokonywany zgodnie z procedurami opisanymi w tym rozdziale.

5.2 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.

5.3 Pomiar jednorodności

5.3.1 Informacje ogólne

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

5.3.2 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 4.5 powyżej.

¹ Suche mieszanki paszowe lub suche premiksy. Mieszanki pasz płynnych, emulsje, zawiesiny nie wchodzą w niniejszy zakres.



+ Wskazówka:

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

Homogeneity Batch		100 % filling dry, 50 Hz		
Planned batch size:		5392		
Overweight:		120		
Real batch size:		5512		
Addition of Microtracer Premix:		directly through an opening in the mixer on top of the mix		
Time for emptying of pre-bin to mixer:		15 s		
Dry Mixing Time:		90 s		
Addition of Liquids:		0 s		
Wet mixing time:		0 s		
Total mixing time:		105 s		
Sampling place:		after reddler before elevator		
Number of Samples:		22		
Sample Assayed, g:		20		
Tracer Color:		FSS-red lake		
Tracer Used per Metric Ton, g:		9,78		
Analytical results:				
Sample No.	Sampling time [s]	Microtracer Particle Count	Sample Assayed [g]	Corrected Particle Count
1	0	74	19,46	76
2	10	102	21,50	95
3	20	92	21,29	86
4	30	97	21,59	90
5	40	97	21,27	91
6	50	92	20,54	90
7	60	103	21,01	98
8	70	92	20,69	89
9	80	100	21,06	95
10	90	87	21,01	83
11	100	77	20,94	74
12	110	85	21,11	81
13	120	95	20,01	95
14	130	83	19,97	83
15	140	83	21,97	76
16	150	88	20,30	87
17	160	85	20,68	82
18	170	82	20,67	79
19	180	83	20,02	83
20	190	73	19,97	73
22	210	82	20,09	82
24	230	82	20,05	82
Statistical Evaluation:				
Number of Data		22		
Degrees of Freedom		21		
Mean, Particles		85		
Standard Deviation, +/- Particles		7		
c ² Chi-square =		13,02		
Probability, %		91		
Tracer Recovery, % =		104		
Mixing uniformity:				
Mixing is excellent.				

	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 %



5.3.3 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 § 4.5.

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.



Appendix: Informacje dodatkowe dotyczące współczynnika bezpieczeństwa dla szeregu weterynaryjnych produktów leczniczych zatwierdzonych na rynek holenderski

Nazwa	Producent/importer	Współczynnik bezpieczeństwa	
		Świnie	Inne
Doksycyklina/chlorowodorek bromheksyny			
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
Sulfadiazyna/trimetoprim			
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
Sulfametoksazol/trimetoprim			
Feedmix TS	Dopharma Research B.V.	3	3
Vetmulin 10% premiks do pasz leczniczych for medicated feeds	Huvepharma N.V.	1	1
Fosforan tilmikozyny			
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
Fosforan tylozyny			
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



Feed Support Products

To było dużo informacji do przyswojenia i można się zastanawiać, jaki jest następny krok? Na szczęście możemy zaoferować Wspólnocie GMP+ wsparcie w tych działaniach. Oferujemy pomoc w postaci różnych narzędzi i wskazówek, lecz ponieważ każda firma jest współodpowiedzialna za bezpieczeństwo pasz, nie możemy oferować dokładnie dopasowanych rozwiązań. Jednak pomagamy poprzez wyjaśnianie wymogów i dostarczanie podstawowych informacji na temat wymogów.

Opracowaliśmy szereg materiałów pomocniczych. Obejmują one różne narzędzia, od list FAQ (często zadawanych pytań,) do webinarów i wydarzeń.

Materiały pomocnicze dotyczące dokumentów normatywnych (Wskazówki i FAQ)

Udostępniliśmy dokumenty zawierające wskazówki odnośnie wymogów GMP+ ustanowionych w modułach GMP+ FSA i GMP+ FRA. Dokumenty te dostarczają przykładów, odpowiedzi na często zadawane pytania lub informacji podstawowych.

Znajdź nasze Feed Support Products tutaj:

Guidelines

Więcej informacji: <https://gmplus.org/pl/feed-certification-scheme-2020/gmp-fsa-fra-certification/support/>

At GMP+ International, we believe everybody, no matter who they are or where they live, should have access to safe food.

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

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

© [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.