

 Technical Specifications

# TS 1.11 - Beheersing van residuen

Versie NL: 1 maart 2021





# Inhoudsopgave

<b>WELKOM</b> .....	<b>3</b>
<b>1. SCOPE VAN DIT DOCUMENT</b> .....	<b>3</b>
<b>2. LIMieten VOOR KRITISCHE RESIDUEN</b> .....	<b>3</b>
2.1. ALGEMEEN.....	3
2.2. LIMieten VOOR RESIDUEN VAN TOEVOEGINGSMIDDELEN .....	4
2.3. LIMieten VOOR RESIDUEN VAN DIERGENEESMIDDELEN .....	7
2.4. LIMieten VOOR RESIDUEN VAN ANDERE TOEVOEGINGSMIDDELEN / DIERGENEESMIDDELEN .....	9
<b>3. AANVULLENDE VOORWAARDEN VOOR DE BEHEERSING VAN RESIDUEN</b> .....	<b>10</b>
3.1. ALGEMEEN / INSTALLATIE .....	10
3.2. BEHEERSING VAN RESIDUEN VIA PRODUCTIEVOLGORDE .....	11
<b>3.2.1. Algemeen</b> .....	<b>11</b>
<b>3.2.2. Versleppingspercentage van installatie</b> .....	<b>12</b>
<b>3.2.3. Veiligheidsfactor</b> .....	<b>12</b>
<b>3.2.4. Validatie en Periodieke verificatie (monitoring)</b> .....	<b>13</b>
<b>3.2.5. Aanvullende informatie over de veiligheidsfactor</b> .....	<b>14</b>
<b>4. METHODEN VOOR METING VAN VERSLEPING</b> .....	<b>15</b>
4.1. INLEIDING .....	15
4.2. ALGEMENE BASISBEGINSELEN MET BETREKKING TOT HET METEN VAN VERSLEPING .....	15
4.3. TOETSINGSPROCEDURE VOOR DE VERSLEPING BIJ DE MENGVOEDERBEREIDING MET BEHULP VAN EEN MENGSEL VAN MANGAANOXIDE EN EEN EIWIJRIJK EN EEN EIWIJARM MENGSEL.....	19
4.4. TOETSINGSPROCEDURE VOOR HET METEN VAN VERSLEPING IN VOORMENGSELS- EN TOEVOEGINGSMIDDELENINSTALLATIES .....	26
4.5. TOETSINGSPROCEDURE VOOR DE PROCESNAUWKEURIGHEID VAN MENGVOEDER MET MICROTRACERS .....	27
<b>5. METHODEN VOOR HET METEN VAN DE HOMOGENITEIT VAN DROGE MENGSELS</b> .....	<b>38</b>
<b>APPENDIX: AANVULLENDE INFORMATIE OVER DE VEILIGHEIDSFACOR VOOR EEN AANTAL DIERGENEESMIDDELEN, DIE ZIJN GOEDGEKEURD VOOR DE NEDERLANDSE MARKT</b> .....	<b>41</b>



# Welkom

Dit Feed Certification scheme document helpt u om wereldwijd voederveiligheid te bieden. Door te voldoen aan de voorwaarden die GMP+ International samen met onze GMP+ Community heeft opgesteld, willen we u helpen om de certificering van diervoeder te krijgen die u nodig heeft. Lees de informatie in dit document zorgvuldig door.

*Let's make this work together!*

## 1. Scope van dit document

Dit document specificeert:

- de limieten voor residuen van toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen
- specifieke voorwaarden voor de beheersing van residuen van toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen
- de methoden om de versleping en de homogeniteit te meten

## 2. Limieten voor kritische residuen

### 2.1. Algemeen

1. Elk bedrijf dat deelneemt aan de GMP+ FSA-module, zowel binnen als buiten Europa, moet het gebruik van toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen beheersen. De GMP+ gecertificeerde onderneming moet ervoor zorgen dat (residuen van) deze toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen niet in andere dan het bedoelde diervoeder aanwezig zijn of ten minste de maximumgrenzen (de zogenaamde residulimieten) niet overschrijden in andere dan het bedoelde diervoeder.
2. Het GMP+ gecertificeerde bedrijf moet zorgen voor de naleving van de residulimieten die zijn vastgelegd in dit document. De residulimieten in dit document zijn voornamelijk gebaseerd op de wetgeving van de Europese Unie. Deze residulimieten zijn opgenomen in de GMP+ FSA-module.  
In principe is de residulimiet van een bepaald toevoegingsmiddel of diergeneesmiddel een percentage van het maximumgehalte, dat in het diervoeder mag worden vermengd. In de diervoederwetgeving van de Europese Unie zijn residulimieten vastgelegd, op basis van de factoren in de volgende tabel.

<b>Toevoegingsmiddel/ Diergeneesmiddel</b>	<b>Max. percentage (%)</b>	<b>Opmerking</b>
Coccidiostatica	1	Voor kritisch diervoeder
	3	Voor overig diervoeder
Antibiotica	2.5	



Deze limieten zijn gespecificeerd in de tabellen in dit hoofdstuk. Ook voor een aantal overige stoffen zijn in deze tabellen residulimieten gespecificeerd, voornamelijk berekend met een 'max 2,5%-factor'.

3. In andere delen van de wereld zijn ook andere stoffen (niet in de EU geregistreerde coccidiostatica, antibiotica en andere producten als groeibevorderaars, diergeneesmiddelen) in diervoeder toegestaan. Deze producten moeten in de onderstaande tabel worden ingedeeld als 'Overige stoffen, waarvoor een wachttijd is vastgesteld'.

**+** Gebruikerstip:

- 'Overige stoffen waarvoor een wachttijd is vastgesteld' zijn producten
- die opzettelijk aan het diervoeder worden toegevoegd met de bedoeling de prestaties, de productie of de gezondheid van het dier te beïnvloeden, en
  - die in de dierlijke producten (vlees, melk of ei) kunnen worden aangetroffen en schadelijk kunnen zijn wanneer ze door de mens worden geconsumeerd, en
  - waarvoor als gevolg daarvan een wachttijd is vastgesteld.

## 2.2. Limieten voor residuen van toevoegingsmiddelen

Toevoegingsmiddelen	Diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %
Lasalocide A natrium	Voedermiddelen	1,25
	Mengvoeder voor:	
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• honden, kalveren, konijnen, paardachtigen, melkvee, legpluimvee, kalkoenen (&gt; 16 weken) en opfokleghennen (&gt; 16 weken)</li> </ul>	1,25
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• vleeskuikens, opfokleghennen (&lt; 16 weken) en kalkoenen (&lt; 16 weken) voor de periode vóór de slacht waarin het gebruik van Lasalocide A natrium verboden is (diervoeder - wachttijd)</li> </ul>	1,25
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• fazanten, parelhoenders, kwartels en patrijzen (met uitzondering van legvogels) voor de periode vóór de slacht, waarin het gebruik van Lasalocide A natrium verboden is (diervoeder in wachttijd)</li> </ul>	1,25
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• andere diersoorten</li> </ul>	3,75
	Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Lasalocide A natrium niet toegestaan is	( <sup>1</sup> )
Narasin	Voedermiddelen	0,7
	Mengvoeder voor:	
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• kalkoenen, konijnen, paardachtigen, legpluimvee en opfokleghennen (&gt; 16 weken)</li> </ul>	0,7
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• andere diersoorten</li> </ul>	2,1
	Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Narasin niet toegestaan is.	( <sup>1</sup> )
	Voedermiddelen	0,7



Toevoegingsmiddelen	Diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %
Salinomycine natrium	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• paardachtigen, kalkoenen, legpluimvee en opfokleghennen (&gt; 12 weken)</li> </ul>	0,7
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• vleeskuikens, opfokleghennen (&lt; 12 weken) en mestkonijnen voor de periode vóór de slacht waarin het gebruik van Salinomycine natrium verboden is (diervoeder in wachtijd)</li> <li>• andere diersoorten</li> </ul>	0,7
		2,1
	Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Salinomycine natrium niet toegestaan is.	( <sup>1</sup> )
Monensin natrium	Voedermiddelen	1,25
	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• paardachtigen, honden, kleine herkauwers (schapen en geiten), eenden, runderen, melkvee, legpluimvee, opfokleghennen (&gt; 16 weken) en kalkoenen (&gt; 16 weken)</li> </ul>	1,25
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• vleeskuikens, opfokleghennen (&lt; 16 weken) en kalkoenen (&lt; 16 weken) voor de periode vóór de slacht waarin het gebruik van Monensin natrium verboden is (diervoeder in wachtijd)</li> <li>• andere diersoorten</li> </ul>	1,25
		3,75
	Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Monensin atrium niet toegestaan is.	( <sup>1</sup> )
Semduramicine natrium	Voedermiddelen	0,25
	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• legpluimvee en opfokleghennen (&gt; 16 weken)</li> </ul>	0,25
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• vleeskuikens voor de periode vóór de slacht waarin het gebruik van Semduramicine natrium verboden is (diervoeder in wachtijd)</li> <li>• andere diersoorten</li> </ul>	0,25
		0,75
	Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Semduramicine natrium niet toegestaan is.	( <sup>1</sup> )
Maduramicine ammonium Alpha	Voedermiddelen	0,05
	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• paardachtigen, konijnen, kalkoenen (&gt; 16 weken), legpluimvee en opfokleghennen (&gt; 16 weken)</li> </ul>	0,05
	<ul style="list-style-type: none"> <li>• vleeskuikens en kalkoenen (&lt; 16 weken) voor de periode vóór de slacht waarin het gebruik van Maduramicine ammonium alfa verboden is (diervoeder in wachtijd)</li> <li>• andere diersoorten</li> </ul>	0,05
		0,15
	Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Maduramicine ammonium Alfa niet toegestaan is.	( <sup>1</sup> )
	Voedermiddelen	0,7



Toevoegingsmiddelen	Diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %	
Robenidine hydrochloride	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• legpluimvee en opfokleghennen (&gt; 16 weken)</li> <li>• vleeskuikens, vleeskonijnen, fokkonijnen en kalkoenen voor de periode vóór de slacht waarin het gebruik van Robenidine-hydrochloride verboden is (diervoeder in wachttijd)</li> <li>• andere diersoorten</li> </ul>	0,7 0,7 2,1	
	Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Robenidine-hydrochloride niet toegestaan is.	(1)	
	Decoquinaat	Voedermiddelen	0,4
	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• legpluimvee en opfokleghennen (&gt; 16 weken)</li> <li>• andere diersoorten</li> </ul>	0,4 1,2	
	Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Decoquinaat niet toegestaan is.	(1)	
	Halofuginone hydrobromide	Voedermiddelen	0,03
	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• legpluimvee, opfokleghennen en kalkoenen (&gt; 12 weken)</li> <li>• vleeskuikens en kalkoenen (&lt; 12 weken) voor de periode vóór de slacht waarin het gebruik van Halofuginone hydrobromide verboden is (diervoeder in wachttijd)</li> <li>• andere diersoorten</li> </ul>	0,03 0,03 0,09	
	Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Halofuginone hydrobromide niet toegestaan is.	(1)	
	Nicarbazine	Voedermiddelen	1,25
		Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• paardachtigen, legpluimvee en opfokleghennen (&gt; 16 weken)</li> <li>• andere diersoorten</li> </ul>	1,25 3,75
Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Nicarbazine (in combinatie met Narasin) niet toegestaan is.		(1)	
Diclazuril		Voedermiddelen	0,01
	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• legpluimvee, opfokleghennen (&gt; 16 weken)</li> <li>• vleestkonijnen en fokkonijnen voor de periode vóór de slacht waarin het gebruik van Diclazuril verboden is (diervoeder in wachttijd).</li> <li>• andere diersoorten dan opfokleghennen (&lt; 16 weken), vleeskuikens, parelhoenders en mestkalkoenen.</li> </ul>	0,01 0,01 0,03	
	Voormengsels voor gebruik in diervoeder waarin het gebruik van Diclazuril niet toegestaan is.	(1)	
	<i>Opmerking:</i> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Vleeskuikens: diervoeder dat vanaf 5 dagen voor de slacht aan deze kippen wordt gegeven</li> <li>• Vleeskalkoenen: diervoeder dat vanaf 5 dagen voor de slacht aan deze kalkoenen wordt gegeven</li> <li>• Varkens: diervoeder dat vanaf 28 dagen voor de slacht aan varkens wordt gegeven</li> </ul>		



<b>Toevoegingsmiddelen</b>	<b>Diervoeder</b>	<b>Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %</b>
Voor overige coccidiostatica	Voor alle diervoeder	1% van de maximale inhoud die in diervoeder vermengd mag worden.

- (1) Het maximumgehalte van het toevoegingsmiddel/diergeneesmiddel in het voormengsel mag niet leiden tot een gehalte van dat toevoegingsmiddel/diergeneesmiddel dat hoger is dan 50 % van de maximumgehaltenes die in het diervoeder zijn vastgesteld, wanneer de instructies van het voormengsel worden gevolgd.

### 2.3. Limieten voor residuen van diergeneesmiddelen

<b>Diergeneesmiddelen</b>	<b>Diervoeder</b>	<b>Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %</b>
Sulfadiazine natrium	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Leghennen</li> <li>• Vleeskuikens en Vleeskalkoenen</li> <li>• Vleesvarkens</li> <li>• Melkvee</li> </ul>	5 8 1 1
Sulfamethoxazol	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Leghennen</li> <li>• Vleeskuikens en Vleeskalkoenen</li> <li>• Vleesvarkens</li> <li>• Melkvee</li> </ul>	5 8 1 1
Doxycycline	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Leghennen</li> <li>• Vleeskuikens en Vleeskalkoenen</li> <li>• Vleesvarkens</li> <li>• Melkvee</li> </ul>	8 8 10 1 batch <sup>2</sup>
Oxytetracycline	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Leghennen</li> <li>• Vleeskuikens en Vleeskalkoenen</li> <li>• Vleesvarkens</li> <li>• Melkvee</li> </ul>	1 10 10 1 batch <sup>2</sup>
Ivermectine	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Leghennen</li> <li>• Vleeskuikens en Vleeskalkoenen</li> <li>• Vleesvarkens</li> <li>• Melkvee</li> </ul>	0,1 0,1 0,1 1 batch <sup>2</sup>



<b>Diergenees- middelen</b>	<b>Diervoeder</b>	<b>Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %</b>
Tiamuline	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"><li>• Leghennen</li><li>• Vleeskuikens en Vleeskalkoenen</li><li>• Vleesvarkens</li><li>• Melkvee</li></ul>	1 8 10 1 batch <sup>2</sup>
Tilmicosine	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"><li>• Leghennen</li><li>• Vleeskuikens en Vleeskalkoenen</li><li>• Vleesvarkens</li><li>• Melkvee</li></ul>	1 4 10 1 batch <sup>2</sup>
Trimethoprim	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"><li>• Leghennen</li><li>• Vleeskuikens en Vleeskalkoenen</li><li>• Vleesvarkens</li><li>• Melkvee</li></ul>	Gekoppeld aan Sulfadiazine en daarmee voldoende geborgd

- (2) Melkveevoeders mogen niet op dezelfde productielijnen worden geproduceerd, direct nadat deze voeders met deze toevoegings- en diergeneesmiddelen zijn bereid,.





## 2.4. Limieten voor residuen van andere Toevoegingsmiddelen / Diergeneesmiddelen

Diergeneesmiddelen	Diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %
Overige stoffen waarvoor een wachttijd is vastgesteld <sup>3</sup>	Alle overige diervoeder voor dieren die dierlijke producten produceren, zoals <ul style="list-style-type: none"><li>• Leghennen</li><li>• Melkproducerende koeien, geiten, schapen, etc.</li><li>• Vleeskuikens en vleeskalkoenen (diervoeder dat vanaf 5 dagen voor de slacht aan deze vleeskuikens en vleeskalkoenen wordt gegeven)</li><li>• Vleesvarkens (diervoeder dat vanaf 28 dagen voor de slacht aan deze vleesvarkens wordt gegeven)</li></ul>	1

(3) Voorbeelden: Flubendazol, Carbadox, Olaquinox.



## 3. Aanvullende voorwaarden voor de beheersing van residuen

### 3.1. Algemeen / Installatie

Een GMP+ gecertificeerd bedrijf kan diverse beheersmaatregelen toepassen om te bewerkstelligen dat de residuen van kritische toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen de limieten niet overschrijden, zoals uiteengezet in de tabel in § 2.2, § 2.3 en § 2.4.

#### + Gebruikerstip 1:

Mogelijke beheersmaatregelen kunnen zijn:

- Het helemaal niet gebruiken van een toevoegingsmiddel of diergeneesmiddel met een residulimiet.
- Scheiding tussen locaties waar toevoegingsmiddelen / diergeneesmiddelen worden gebruikt en waar deze niet worden gebruikt.
- Scheiding tussen productieapparatuur en interne transportvoorzieningen (met en zonder kritische toevoegingsmiddelen / diergeneesmiddelen) binnen een locatie.
- Het kiezen van minder kritische toevoegingsmiddelen of diergeneesmiddelen
- Het verwijderen van de eerste 50-100 kg geproduceerd diervoeder (na gemedicineerd voeder) als afval of om te gebruiken als herverwerking in diervoeder met dezelfde toevoegingsmiddelen of diergeneesmiddelen.
- Het gebruiken van specifieke apparatuur (intern transport, mixer, filter).
- Strikt onderhoud en goede reiniging van de apparatuur.
- Het doseren van diergeneesmiddelen in de mixer of bulkmixapparatuur.
- Gebruik van een vaste doseringsvolgorde voor microcomponenten.
- Gebruik van korte transportlijnen / gebruik van voldoende leeglooptijden.
- Vermijden van plaatsen waar producten kunnen achterblijven.
- Toepassing van een strenge productievolvergorder/spoelen. Zie hiervoor § 3.2.

In alle GMP+ standaarden is vastgelegd dat men beheersmaatregelen moeten valideren en de effectiviteit ervan met een passende frequentie moet verifiëren ('HACCP-principes' moeten worden toegepast). Dit geldt ook voor de beheersingsmaatregelen voor de beheersing van residuen van diergeneesmiddelen/toevoegingsmiddelen.

Bij het toepassen van een specifieke productievolvergorder voor de beheersing van de residulimieten, is specifieke validatie & verificatie noodzakelijk. Zie hiervoor § 3.2.4.

#### + Gebruikerstip 2:

Validatie: kan worden toegepast in overeenstemming met de gemeenschappelijke HACCP beginselen. Het GMP+ gecertificeerde bedrijf dient er zeker van te zijn dat toepassing van een bepaalde beheersingsmaatregel leidt tot het verwachte resultaat (=geen residu of in ieder geval binnen de limieten). De uitkomst van analytisch onderzoek is hier zeer nuttig. Na iedere essentiële wijziging, dienen beheersingsmaatregelen te worden heroverwogen en – waar nodig – bijgewerkt en gevalideerd.



## 3.2. Beheersing van residuen via productievolgorde

### 3.2.1. Algemeen

Een veelgebruikte methode voor het beheersen van residuniveaus is het spoelen van de productie-installatie nadat een diergeneesmiddel of toevoegingsmiddel is gebruikt, oftewel het 'reinigen' van een installatie.

Bij het toepassen van deze methode dient een strenge productievolgorde worden berekend en toegepast, met voldoende aantal spoelingen om te kunnen garanderen dat de residuniveaus niet worden overschreden.

Indien diervoeder wordt gebruikt voor het spoelen nadat een gemedicineerd diervoeder of diervoeder met een coccidiostatica wordt geproduceerd, dan moet er voor gezorgd worden dat het residuniveau van de diergeneesmiddelen of de toevoegingsmiddelen in dit diervoeder de limieten niet overschrijden.

Indien een voedermiddel wordt gebruikt voor het spoelen, dan moet het na afloop met grote zorg gebruikt of verwerkt worden. Een risicoanalyse moet het juiste gebruik van dit voedermiddel onderbouwen. Dit voedermiddel kan gebruikt worden in een diervoeder met dezelfde coccidiostatica of hetzelfde antibioticum. Het kan ook afgevoerd worden als afval.

De berekening, die gebaseerd is op de mate van versleping van een productie-installatie, moet leiden tot verwachte niveaus (berekend) residuen van kritische toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen in de achtereenvolgende partijen die volgen na de partij waarin het bedrijf een kritisch toevoegingsmiddel of diergeneesmiddel heeft gebruikt.

*Opmerking: Het maximumgehalte van het toevoegingsmiddel / diergeneesmiddel in het voormengsel, is de concentratie die niet mag leiden tot een niveau van dit toevoegingsmiddel / diergeneesmiddel dat hoger is dan 50% van de maximumgehalten zoals bepaald voor het diervoeder wanneer de instructies voor het gebruik van het voormengsel worden opgevolgd.*

#### Gebruikerstip:

Bijvoorbeeld: Max. residulimiet van een toevoegingsmiddel voor diervoeder is 1 ppm. Het voormengsel mag maximaal 0.5 ppm bijdragen aan het diervoeder (50%). Wanneer het voormengsel vermengd moet worden met het diervoeder met 5% dan is volgens de instructies het maximale residulimiet voor het voormengsel 10 ppm.

Daarnaast hebben toevoegingsmiddelen zoals koper en zink ook maximumlimieten die niet overschreven mogen worden. Zie hiervoor TS 1.5 *Specifieke voeder veiligheidsnormen*.



### 3.2.2. Versleppingspercentage van installatie

#### Algemeen

Een testprocedure, zoals uiteengezet in Hoofdstuk 4 van dit document, moet worden gebruikt voor het meten van het versleppingspercentage van een installatie. Alle productie-, verwerkings- en transportlijnen in een fabriek, die kunnen bijdragen aan de versleping, moeten worden getest. Zie voor meer details Hoofdstuk 4.

#### Frequentie

De minimale frequentie van het meten van de versleping in productie- en transportlijnen is afhankelijk van de (diervoeder en voormengsel met) toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen die het GMP+ gecertificeerde bedrijf verwerkt en of het bedrijf diervoeder verwerkt waarvoor een residu-limiet is vastgesteld.

Indien het GMP+ gecertificeerde bedrijf producten (of diervoeder met deze producten) verwerkt of transporteert waarvoor een specifiek residulimiet is vastgesteld in de tabel in § 2.2, § 2.3 en § 2.4, dan moet het versleppingspercentage bekend te zijn voor de lijnen waarop deze producten verwerkt, geproduceerd of getransporteerd worden. Indien het GMP+ gecertificeerde bedrijf dergelijke productielijnen heeft, moet hij ten minste eenmaal per twee jaar de versleping meten.

Bij het verwerken of transporteren van een ander product, dat kan leiden tot residu in dierlijke producten, moet het GMP+ gecertificeerde bedrijf de versleping ten minste eenmaal meten.

De versleping moet opnieuw worden gemeten in het geval van aanzienlijke wijzigingen in de installatie.

### 3.2.3. Veiligheidsfactor

De daadwerkelijke verwerkingseigenschappen van een kritisch toevoegingsmiddel of diergeneesmiddel kan afwijken van de tracers die gebruikt zijn tijdens het meten van het versleppingspercentage, met behulp van één van de methoden die uiteen zijn gezet in Hoofdstuk 4.

Om nog beter te kunnen garanderen dat de daadwerkelijke residuniveaus de berekende (verwachte) residuniveaus niet overschrijden, kan een GMP+ gecertificeerd bedrijf een zogeheten veiligheidsfactor toepassen in de berekening van de productievolvergordte. Wanneer de veiligheidsfactor wordt toegepast in de berekening, dan mag een GMP+ gecertificeerd bedrijf de verificatiefrequentie verlagen. Zie hiervoor § 3.2.4.

De te gebruiken standaard veiligheidsfactor is "3". Echter, in de tabellen in § 3.2.5 zijn andere veiligheidsfactoren vastgesteld voor een aantal kritische toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen.

#### + Gebruikerstip:

Deze veiligheidsfactoren worden bepaald op basis van een zogeheten relatieve wandadhesie-factor, gemeten met een test die speciaal voor dit doel is ontwikkeld. Indien een GMP+ gecertificeerd bedrijf deze test wil gebruiken voor het bepalen van de specifieke wandadhesie-factor, kan contact worden opgenomen met GMP+ International.



### 3.2.4. Validatie en Periodieke verificatie (monitoring)

#### **Validatie**

Iedere berekende productievolgorde moet op juiste wijze gevalideerd worden om de effectiviteit aan te tonen m.b.t. de beheersing van de residuniveaus. Er moeten ten minste 2 monsters (van diervoeder met producten met een residulimiet zoals genoemd in de tabel in § 2.2, § 2.3 en § 2.4) worden genomen en geanalyseerd.

Wanneer de mate van versleping opnieuw gemeten is en de productievolgorde herberekend is, moet een nieuwe validatie worden uitgevoerd.

#### **Verificatie**

Om de blijvende effectiviteit van de gebruikte productievolgorde aan te tonen, moet het GMP+ gecertificeerde bedrijf monitoren, door middel van analyse van de residuniveaus in relevante diervoeders:

- a) Bij geen gebruik van de veiligheidsfactor in de berekening van de productievolgorde: per jaar moeten vier monsters worden geanalyseerd.
- b) Bij gebruik van de veiligheidsfactor in de berekening van de productievolgorde: per jaar moeten twee monsters worden geanalyseerd.

#### **Gebruikerstip:**

Het GMP+ gecertificeerde bedrijf heeft hier een keuze. Indien de veiligheidsfactor wordt toegepast, is de minimum monitoringfrequentie per jaar lager.

Verificatie moet worden uitgevoerd door middel van het analyseren van de residuniveaus van het specifieke diergeneesmiddel of toevoegingsmiddel. Wanneer er bij de productie meer diergeneesmiddelen of toevoegingsmiddelen worden gebruikt, dan moet degene met de hoogste veiligheidsfactor worden geanalyseerd als onderdeel van de verificatie.

Analyse moet worden uitgevoerd door een laboratorium dat als zodanig is goedgekeurd (Zie hiervoor TS 1.2 *Inkoop*). De detectielimiet van de gebruikte methode moet geschikt te zijn om te besluiten of het gebruikte systeem van productievolgorde voldoende is.



### 3.2.5. Aanvullende informatie over de veiligheidsfactor

Naam van coccidiostatica en histomonostatica, die zijn getest met behulp van de zogeheten wandadhesietest	Producent	Veiligheidsfactor	
		Varkens	Overig
<b>Mengsel van Narasin en Nicarbazine</b>			
Maxiban G 160 premix	Elanco GmbH	3	1
<b>Lasalocide natrium</b>			
Avatec 15% CC	Zoetis Belgium S.A.	1	1
<b>Robenidine-hydrochloride</b>			
Cycostat 66G	Zoetis Belgium S.A.	1	1
<b>Monensin-natrium</b>			
Elancoban G200 premix	Elanco GmbH	1	1
Coxidin (5 1 701)	Huvepharma NV Belgium	1	1
<b>Narasin</b>			
Monteban G100 premix	Elanco GmbH	1	1
<b>Halofuginone-hydrobromine</b>			
Stenorol	Huvepharma NV Belgium	1	1
<b>Diclazuril</b>			
Clinacox 0,5 % Premix	Elanco GmbH	2	2
<b>Salinomycine-natrium</b>			
Sacox 120 microGranulate	Huvepharma NV Belgium	1	1



## 4. Methoden voor meting van versleping

### 4.1. Inleiding

Om de versleping te meten moet de deelnemer de protocollen toepassen, die in dit deel van het document zijn opgenomen.

De rapportage over de verslepingmeting moet aan bepaalde voorwaarden voldoen. Zie de paragraaf 'Rapportage' hieronder.

*N.B.: Het is toegestaan dat GMP+ gecertificeerde bedrijven afwijken van de vastgelegde methode, zolang de principes zoals vermeld in § 4.2 niet worden aangetast en kan worden aangetoond dat gelijkwaardige resultaten worden verkregen.*

*In bepaalde landen zijn speciale voorwaarden voor het meten van de versleping gedefinieerd in de wetgeving. De resultaten van die metingen worden ook geaccepteerd voor het aantonen van de naleving van GMP+-voorwaarden.*

### 4.2. Algemene basisbeginselen met betrekking tot het meten van versleping

Bij het meten van de versleping van toevoegingsmiddelen in een installatie, moet er eerst onderzoek worden gepleegd met behulp van een processchema (een grafische weergave van bijv. de fabriek) en de daadwerkelijke situatie in de fabriek, naar welke delen van de fabriek relevant kunnen zijn voor versleping.

Een uitgangspunt bij het vaststellen van de versleping van een bedrijf is dat de mate van versleping als gevolg van retourstromen bekend is en wordt beheerst.

#### Verslepingpunten

De versleping in een (mengvoeder)fabriek kan in de volgende trajecten optreden.

#### 1. **Het vullen van voormengsilos**

Het vullen van de voormengsilos kan tot versleping aanleiding geven. Vanuit het processchema kan worden nagegaan of er redenen bestaan om te veronderstellen dat hier versleping plaatsvindt. Kritische punten zijn gemeenschappelijke transportsystemen, schuiven, afscheidingsystemen en filters



Bij mechanische transporten, zoals redlers, elevatoren en schroeftransporteurs, treedt altijd versleping op en is het verstandig deze versleping te meten. Hierbij moeten voldoende lange leeglooptijden (10 minuten) in acht te worden genomen.

Bij een pneumatische vulmethode, met aparte filters voor iedere silo, hoeft niet met versleping gerekend te worden. Indien een gemeenschappelijk filter aanwezig is moet het filter, gedurende minstens 10 minuten na het lossen, nakloppen op dezelfde silo als waarin de vulling heeft plaatsgevonden.

Er dient een voorschrift voor stortvolgorde te bestaan, waardoor ongewenste vermengingen voorkomen worden.

In deze situatie dient gewaarborgd te worden dat onacceptabele residuniveaus niet meer voorkomen.

## 2. Doseer-, maal- en menglijn

De grootste versleping van toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen treedt op in het proces van doseren (toevoegen van toevoegingsmiddelen/ diergeneesmiddelen) / (eventueel malen) / mengen / transport en opslag van het product in meelvorm in een gereedproduct cel of een persmeel cel.

De plaats waar voormengsels worden toegevoegd moet zo dicht mogelijk bij de menger liggen. Belangrijk is dat de meetstof op dezelfde plaats wordt toegevoegd, als waar de toevoegings- en diergeneesmiddelen worden toegevoegd.

## 3. Perslijn

Tevens kan een aanzienlijke versleping optreden in de perslijn. Naarmate de matrijzen van pers(-en) omvangrijker zijn neemt de versleping toe. Daarnaast kunnen tussenbunkers met voorraad een bron van versleping zijn.

Een punt van aandacht zijn de retourstromen die rechtstreeks teruggevoerd worden in de persmeelsilo tijdens het pelleteren

## 4. Beladen en transport

Tijdens de opslag, de belading en het transport van een gereed product zal alleen voor zeer kritische toevoegings- en diergeneesmiddelen (bijv. nicarbazine en sulfa-diergeneesmiddelen) versleping van betekenis optreden. In deze gevallen moet een verplichte werkvolgorde worden aangehouden.

Een punt van aandacht vormt de verwerking van het afzeefsel van de bulkverlading. Een eventuele verwerking van dergelijke afzeefsels moet minimaal voldoen aan de diervoederwetgeving, en moet daarom op een zorgvuldige en beheerste manier verwerkt worden. Eventueel afzeefsel van gemedicineerd voeder mag niet herverwerkt worden.





Indien ongewenste versleping van kritische toevoegings- en diergeneesmiddelen verwacht mag worden, kan het bedrijf de volgende maatregelen nemen:

- a) het opstellen van een verplichte productie(werk)volgorde;
- b) aanvullende maatregelen bij productwisseling;
- c) het produceren van diervoeder met kritische toevoegings- en diergeneesmiddelen op een andere lijn;
- d) het overschakelen op minder kritische middelen.

#### Meetpunten voor versleping

De belangrijkste veroorzakers van versleping zijn de doseer-/maal-/menglijn en de perslijn. Hiervan moet de versleping bekend te zijn indien over deze lijnen zowel diervoeder met kritische toevoegings- en diergeneesmiddelen als diervoeder met een maximum verslepniveau worden geproduceerd. Om tot een betrouwbare vaststelling te komen zijn onderstaande meetpunten van belang:

Na de menger, maar zo dicht mogelijk bij de menger voor het meten van de uitgangshehalten van het mengsel:

- a. bij de inloop van de persmeel cel bij korrelproductie of de gereedproduct cel bij meelproductie voor het meten van de versleping op de doseer-/maal-/menglijn;
- b. bij de inloop van de gereedproduct cel bij korrelproductie voor het meten van de versleping op de perslijn.

De versleping die op deze wijze wordt bepaald wordt beschouwd als de installatieversleping.

#### Rapportage

Een goede verslaggeving van het onderzoek is van belang om de resultaten eenduidig toe te passen bij het vaststellen van maatregelen en tijdens het toezicht op een correcte invulling. Deze dient gebaseerd te zijn op een goed doordacht en welomschreven protocol dat van tevoren met de uitvoerenden is doorgesproken en op een zorgvuldige uitvoering van dit protocol. De volgende punten moeten derhalve minimaal te worden vastgelegd.

- i. datum
- ii. wie verantwoordelijk is voor het verslepniveauonderzoek
- iii. beschrijving van de toegepaste methode
- iv. een schema van de installatie met aanduiding van:
  - a) maal-,meng- en perslijn waarop het onderzoek is uitgevoerd
  - b) plaats waar de meetstof is toegevoegd
  - c) bemonsteringspunten
- v. aantal en grootte monsters
- vi. tijdsinterval van bemonstering
- vii. analyseresultaten
- viii. adequate berekening van de versleping
- ix. eventuele monstervoorbehandeling als malen, homogeniseren, splitsen en/of samenvoegen



### Nieuwe meetstoffen

Nieuwe meetstoffen moeten worden toegelaten op basis van beoordeling, waarbij validatie heeft plaatsgevonden ten opzichte van de referentiemethode (Kobalt-methode). Het validatie rapport moet tenminste de volgende elementen bevatten:

- i. naam en adres gegevens van de indiener en onderzoekinstelling;
- ii. motivatie/probleemomschrijving;
- iii. karakteristieken ten aanzien van de/het
  - a) te gebruiken diervoederinstallatie (o.a. menger/persinstallatie/ koeler);
  - b) de referentie meetstoffen en de te onderzoeken meetstoffen;
  - c) monsternameplan m.b.t. te nemen monsters in de verschillende spoelbatches;
  - d) monstervoorbereiding in het laboratorium;
  - e) te gebruiken analysemethoden;
  - f) te gebruiken statistische methoden.
- iv. analyseresultaten;
- v. statistische verwerking van de analyseresultaten;
- vi. conclusies;
- vii. referenties.

Het rapport voor de beoordeling door een deskundigen panel kan worden ingediend bij GMP+ International.



## 4.3. Toetsingsprocedure voor de versleping bij de mengvoederbereiding met behulp van een mengsel van mangaanoxide en een eiwitrijk en een eiwitarm mengsel

### 1. TOEPASSINGSGBIED

De toetsingsprocedure is ontwikkeld voor het bepalen van de versleping die plaatsvindt in mengvoederproductiebedrijven. De versleping van doseerlijnen van grondstoffen en de versleping van de bestanddelen die via de voormengsels worden toegevoegd, bepaalt men afzonderlijk.

Door het verzamelen van de monsters op verschillende plaatsen in het productieproces kan inzicht worden verkregen in de versleping in de productie installatie (bijvoorbeeld: maal-/menglijn naar persmeelbunker of de pers/koellijn). De methode is ook geschikt voor het bepalen van de mate waarin met de installatie uniforme mengsels kunnen worden geproduceerd (zie punt 9).

### 2. DEFINITIES

#### **Versleping**

Versleping betekent dat een deel van de voorgaande partij diervoeder in het productie- en transportsysteem achterblijft en in de volgende partijen terecht komt.

#### **Verslepingsniveau**

Het verslepingsniveau wordt gedefinieerd als de hoeveelheid van een bestanddeel van een voorgaande partij, uitgedrukt in een percentage, die terecht komt in de volgende partij diervoeder (van dezelfde grootte). Het verslepingsniveau kan worden gemeten voor een deel van de installatie (bijvoorbeeld tot de persmeelbunkers) of voor de hele installatie.

### 3. PRINCIPE VAN DE TOETSINGSPROCEDURE

De toetsingsprocedure wordt uitgevoerd door eerst een eiwit- en Mn-rijk sojamengsel te vervaardigen en onmiddellijk daarna een eiwit- en Mn-arm maismengsel te vervaardigen op dezelfde productielijn. De verhoging van het eiwit- en Mn-gehalte in het maismengsel tijdens het draaien van de productielijn wordt veroorzaakt door versleping. Door deze verhoging te relateren aan het eiwit- en Mn-gehalte van het sojamengsel kan men het verslepingsniveau berekenen.

Omdat het eiwit- en mangaanoxidegehalte van het maismengsel hyperbolisch toeneemt (van hoge gehalten aan het begin van de stroom naar lagere gehalten daarna), moet de monsternamprocedure bijzondere aandacht krijgen.



#### 4. APPARATUUR EN HULPMIDDELEN

Voor de uitvoering van de toetsingsprocedure is het volgende nodig:

- a. een hoeveelheid mangaanoxide die overeenkomt met 0,4% van de gebruikelijke partijgrootte
- b. (eventueel) een schep voor het nemen van monsters
- c. twee emmers om een aantal deelmonsters te kunnen verzamelen
- d. monsterpotten of -zakken met een inhoud van ten minste 200 gram. Als de verslepingmeting op twee plaatsen in de productielijn wordt uitgevoerd, zijn meestal 20 monsterpotten voldoende (slechts 14 monsters worden daadwerkelijk getest).

#### 5. BENODIGDE BEDRIJFSGEGEVENS

Het volgende moet bekend zijn over het bedrijf waar de toetsingsprocedure wordt uitgevoerd:

- a. het stroomschema van de productie-installatie
- b. de wijze waarop het sojamengsel en het maïsmengsel worden samengesteld. Met name moet men nauwkeurig aangeven hoe en waar het mangaanoxide wordt toegevoegd en hoe een eventueel transportsysteem voor het mangaanoxide naar de menger wordt gespoeld, zowel voor het sojamengsel als voor het maïsmengsel.

#### 6. IMPLEMENTATIE VAN DE TOETSINGSPROCEDURE

##### 6.1.a. Vervaardiging van het eiwit- en het Mn-rijke sojamengsel

Het sojamengsel (met de gebruikelijke partijgrootte) bestaat voor 92% uit sojaschroot, 4% uit vet/olie, 3% uit rietmelasse, 0,4% uit mangaanoxide en 0,8% uit dicalciumfosfaat (of calciumcarbonaat of zout). Dit mengsel wordt op de gebruikelijke manier gedoseerd, gemalen, gemengd en gepelletiseerd. Melasse en vet/olie worden toegevoegd om een meel met normale fysische kenmerken te verkrijgen dat goed kan worden gepelletiseerd. Het sojaschroot mag uit meerdere partijsilo's komen.

Het mangaanoxide komt in plaats van het voormengsel en moet dezelfde weg volgen als het voormengsel. Het mangaanoxide wordt dus in de voormengselweegschaal of de bijstortput gedoseerd. De dosering moet zodanig worden uitgevoerd dat het mangaanoxide vrijwel volledig naar de bodem van de voormengselweegschaal of bijstortput zakt.

Het mangaanoxide moet aan de volgende voorwaarden voldoen:

1. Mn-niveau minimaal 50%.
2. deeltjesgrootte: 100% moet kleiner zijn dan 0,2 mm.

Normaal gesproken wordt calciumcarbonaat, zout en/of voederfosfaat via dezelfde weegschaal of bijstortput gedoseerd. Hierdoor zal de versleping van bestanddelen uit het voormengsel minder zijn, vooral wanneer eerst het voormengsel en pas daarna de andere producten worden gedoseerd.

Voor de toetsingsprocedure doseert men eerst 0,4% mangaanoxide en vervolgens 0,8% calciumcarbonaat, voederfosfaat of zout.



Nadat de inhoud van de voormengselweegschaal (of de bijstortput) aan het sojamengsel in de menger is toegevoegd, wordt de normale mengtijd uitgevoerd. Het mengsel wordt vervolgens gestort in een lege persmeelbunker en gepelletiseerd (monstername).

De maal-/menglijn en de pers-/koellijn mogen na het sojamengsel voor niets anders worden gebruikt dan voor het maïsmengsel.

#### 6.1.b. Monstername van het sojamengsel

Bij het lossen van de sojapellets in de eindproductsilo wordt uit het laatste deel van de partij een goed mengmonster genomen.

#### 6.2.a. Vervaardiging van het eiwit- en Mn-arme maïsmengsel

Het maïsmengsel (met dezelfde partijgrootte als het sojamengsel) bestaat voor 92% uit maïs, 4% uit vet/olie, 3% uit rietmelasse en 0,8% uit dicalciumfosfaat (of calciumcarbonaat of zout). Als het niet mogelijk is om 92% maïs te doseren, kan een maïs/tarwemengsel of een ander eiwitarm mengsel worden samengesteld (monstername).

Het transportsysteem tussen de voormengselweegschaal (of bijstortput) en de menger wordt gespoeld met 0,8% dicalciumfosfaat (of zout of calciumcarbonaat).

De mengtijd begint zodra het voederfosfaat aan het mengsel is toegevoegd. Vervolgens wordt het mengsel naar de (lege) persmeelbunker (monstername) gebracht en vervolgens gepelletiseerd (monster).

#### 6.2.b. Monstername van het maïsmengsel

Men verzamelt de volgende monsters van het maïsmengsel:

1. de maïs (en eventueel de tarwe) die wordt gebruikt voor de samenstelling van het mengsel
2. zes monsters van het maïsmengsel bij de instroom in de persmeelbunker
3. zes monsters van het maïsmengsel bij de instroom in de eindproductsilo.

De monsternameprocedure is belangrijk voor de monsters in 2.) en 3.). Met name het eerste deel van het meel of de pellets uit de partij zal een hoger eiwit- en mangaanoxidegehalte hebben, dat vervolgens relatief snel zal afnemen tot een lager en constanter niveau. Het is daarom belangrijk om het eerste deel van de meel- of pelletstroom intensief te bemonsteren en te weten op welk deel van het diervoeder deze monsters betrekking hebben.

De monsternameprocedure bij de instroom in de persmeelbunker (die meestal drie tot vijf minuten duurt) is als volgt:

4. gedurende de eerste 30 seconden worden zoveel mogelijk deelmonsters in een emmer verzameld; hiervan wordt een mengmonster gemaakt
5. voor de tweede 30 seconden: idem
6. vervolgens wordt elke 30 seconden een willekeurig monster van de stroom verzameld tot de meelstroom stopt.



De totale looptijd van de meelstroom wordt genoteerd en er worden zes monsters bewaard, namelijk de drie die als eerste zijn genomen en drie van de overige monsters.

De monsternamen van de pellets bij de instroom in de eindproductsilo vindt op dezelfde manier plaats. Omdat de totale duur meestal wat langer is, verloopt de procedure nu als volgt:

7. in de eerste minuut worden zoveel mogelijk deelmonsters in een emmer verzameld; hiervan wordt een mengmonster gemaakt
8. tijdens de tweede minuut: idem
9. vervolgens wordt elke minuut een willekeurig monster uit de stroom verzameld totdat de pelletstroom stopt.

*N.B.: Als de pelletstroom niet continu is, moet de "echte" duur worden gebruikt.*

Noteer hier ook de totale duur en bewaar zes monsters, namelijk de drie die als eerste zijn genomen en drie van de andere monsters.

### 6.3 Verwerking van het sojamengsel in mengvoeder

Bij lage verslepniveaus heeft het sojamengsel een Mn-gehalte van ca. 2.000 mg/kg. Bij de verwerking van dit sojamengsel in mengvoeder moet rekening worden gehouden met het feit dat het Mn-gehalte van het mengvoeder maximaal 250 mg/kg mag bedragen.

## **7. DE ANALYSE VAN DE MONSTERS**

In totaal worden er 14 (of mogelijk 15) monsters verzameld:

1 monster sojapellets (+ Mn)	= A
1 monster maïs (zuiver) (+ eventueel tarwe)	= B
6 monsters van maïsmengselmeel (persmeelbunker)	= C (1 tot 6)
6 monsters van maïsmengselmeel (eindproductsilo)	= D (1 tot 6)

Alle monsters worden geanalyseerd op ruw eiwit en Mn.

De helft van de monsters van maïsmengselmeel en maïsmengselpellets analyseert men op vocht; dit om na te gaan of het vochtgehalte tijdens het pelletiseren is veranderd. Als het vochtgehalte tijdens het pelletiseren duidelijk is veranderd, moeten de RE- en Mn-gehalten van de maïsmengselpellets worden gecorrigeerd voor het vochtgehalte van het maïsmengselmeel.

## **8. DE BEREKENING VAN DE VERSLEPNINGSPERCENTAGES**

De verslepningspercentages kunnen worden berekend op basis van de gehalten van ruw eiwit en Mn in de genomen monsters. Stel dat de volgende gehalten worden gevonden:

Sojapellets:	420 gram RE en 2,006 mg Mn/kg
Zuivere maïs:	86 gram RE en 4 mg Mn/kg
monsters maïsmengsel (boven de persmeelbunker)	



1.	mengmonster (0,5 min.)	160 gram RE	en	400 mg Mn/kg
2.	mengmonster (0,5 min.)	100 gram RE	en	60 mg Mn/kg
3.	willekeurig monster	90 gram	en	27 mg
4.	willekeurig monster	85 gram (gem. 88)	en	30 mg (gem. 28)
5.	willekeurig monster	88 gram	en	28 mg
6.	willekeurig monster	89 gram	en	27 mg

De totale duur van de meelstroom in de persmeelbunker = 5,5 min.

Verwachte gehalten van het maïsmengsel (92% maïs en 3% melasse met 40 gram RE en 25 mg Mn/kg):

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

De gemiddelde gehalten van RE en Mn in het maïsmengsel worden als volgt berekend:

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

(monsters 1 en 2 hebben elk een duur van 0,5 minuut van een totale duur van 5,5 minuut. Voor monsters 3 tot 6 wordt het gemiddelde gehalte berekend; de duur hiervan is  $5,5 - 2 \times 0,5 = 4,5$  minuut).

Het verslepingpercentage (Vs-%) wordt nu als volgt berekend:

$$\text{Vs-\%} = \frac{\text{gem. gehalte in maïsmengsel} - \text{verwacht gehalte in maïsmengsel}}{\text{gem. gehalte in sojapelletts} - \text{verwacht gehalte in maïsmengsel}} \times 100$$

De verslepingpercentages zijn dan (tot aan de persmeelbunker)

$$\text{voor RE} = \frac{95,6 - 80,3}{420 - 80,3} \times 100 = \frac{15,30}{339,7} = 4,5\%$$

$$\text{en voor Mn} = \frac{64,7 - 4,4}{2.006 - 4,4} \times 100 = \frac{60,30}{2.001,6} = 3\%$$

De verslepingpercentages bij de instroom in de eindproductcel worden op dezelfde manier berekend. Het verslepingpercentage van het RE heeft betrekking op het diervoeder als zodanig, afkomstig van de doseerinstallatie. Het verslepingpercentage voor Mn geeft een indicatie van de versleping van bestanddelen uit het voormengsel.



## 9. HET METEN VAN DE UNIFORMITEIT

Om te bepalen in hoeverre de installatie uniforme mengsels produceert, moet men ten minste 10 monsters van het Mn-rijke sojamengsel verzamelen en analyseren op Mn. De spreiding van de Mn- gehalten van deze monsters (standaardafwijking of het verschil tussen de hoogste en de laagste waarde) is een maat voor de uniformiteit.

Bij het nemen van de monsters uit het sojamengsel moet men ervoor zorgen dat de hele stroom van het mengsel wordt bemonsterd. Omdat vaak niet precies bekend is hoe lang de meelstroom zal duren, is het wenselijk om in eerste instantie een royaal aantal monsters te nemen waarvan slechts een deel (namelijk 10) getest hoeft te worden.

Het uniformiteitsonderzoek kan op veel plaatsen in de installatie worden uitgevoerd. Als de monsters direct na de menger worden genomen, krijgt men een goed beeld van de werking van de menger.

Als men daarentegen op andere plaatsen in de installatie (maar na de menger) monsters neemt, dan zal de uniformiteit over het algemeen minder zijn dan direct na de menger.

Dit komt doordat in dit geval ook ontmenging en versleping een rol spelen. Omdat het Mn-rijke sojamengsel altijd wordt geproduceerd na een "normaal" mengvoeder met veel lagere Mn- gehalten, zullen de eerste monsters van de sojamengsels verontreinigd zijn met een bepaalde hoeveelheid mengvoeder en dus minder Mn bevatten. De volgende monsters zullen met steeds minder normaal mengvoeder verontreinigd zijn en steeds hogere Mn-gehalten bevatten.

## 10. FOUTENBESPREKING

Tabel 1 laat zien welke Mn- en eiwitgehalten in het maïsmengsel te verwachten zijn bij de verschillende verslepiingspercentages, uitgaande van 80 gram RE en 5 mg Mn/kg maïsmengsel (puur) en 400 gram RE en 1.800 mg Mn/kg sojamengsel.

<b>Tabel 1 Effect van het verslepiingspercentage op het Mn- en eiwitgehalte van het maïsmengsel.</b>						
Versleping %	0	1	3	5	10	15
Mn uit basis*	5	5	5	5	5	5
uit soja	0	18	54	92	180	270
	5	23	59	95	185	275
* effect van verdunning niet meegerekend						
RE uit basis	80	79,2	77,6	76	72	68
uit soja	0	4	12	20	40	60
	80	83,2	89,6	96	112	128





Op basis van de analyzenauwkeurigheid van de Mn- en RE-bepaling kan men de nauwkeurigheid schatten waarmee men het verslepiingspercentage kan bepalen.

Voor de zes te testen maïsmonsters neemt men aan dat het gemiddelde Mn-gehalte in 95% van de gevallen tussen 95 en 105% van het werkelijke gehalte ligt; voor gehaltenes < 60 mg/kg wordt het absolute interval gelijk gesteld aan het interval voor 60 mg/kg, dus +/- 3 mg/kg.

Voor het sojamengsel neemt men aan dat het in de analyse gevonden Mn-gehalte maximaal 100 mg/kg afwijkt van het werkelijke gehalte.

Voor het eiwit neemt men aan dat het gemiddelde gehalte van de zes maïsmonsters in 95% van de gevallen tussen 99 en 101% van het werkelijke gehalte ligt en dat het gehalte van het sojamengsel maximaal 2% van het werkelijke gehalte afwijkt.

De resultaten van de berekeningen zijn weergegeven in tabel 2.

Men kan concluderen dat lage verslepiingspercentages vrij betrouwbaar vast te stellen zijn. Voor lage verslepiingsniveaus lijkt Mn beter te voldoen dan RE; bij hoge verslepiingsniveaus daarentegen geeft het eiwit betere resultaten dan de Mn.

Tabel 2: Effect van de analyzenauwkeurigheid voor het vast te stellen verslepiingspercentage				
		Maïsmengsel		
Verslepiingsniveau		Berekend	Interval analyse	Verslepiingspercentage*
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
Op basis van 1800 mg Mn/kg sojamengsel (variatie 1700-1900, bij lage Mn in maïs is er een berekening van hoge Mn in soja, en omgekeerd).				
		Berekend	Interval analyse	Verslepiing*
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
Op basis van 400 g RE/kg sojamengsel (variatie 392-408, bij laag RE in maïs is er een berekening van hoog RE in soja, en omgekeerd).				



## 4.4. Toetsingsprocedure voor het meten van versleping in Voormengsels- en Toevoegingsmiddeleninstallaties

### 1. SYSTEEM

De methode voor het meten van de versleping in voormengsel- en toevoegingsmiddeleninstallaties komt, wat de systematiek betreft, overeen met hoofdstuk 4.2.

### 2. VERSLEPINGSPROCES

- a. Het te meten verslepingproces heeft betrekking op het punt waar de toevoegingsmiddelen en/of diergeneesmiddelen worden toegevoegd aan de bulkclading van bulkauto of de vulling van zakgoed.
- b. Men moet de meting van de versleping uitvoeren voor elke productielijn in de installatie.
- c. Men moet de meting uitvoeren met een hoeveelheid mengsel die gelijk is aan de kleinste partij die in de praktijk op de productielijn in kwestie mag worden geproduceerd.

### 3. TE GEBRUIKEN TRACEERMIDDEL

Men kan het volgende traceermiddelen gebruiken voor het meten van de versleping: Microtracers FSS-Lake en F-Lake

### 4. BEPALING VAN VERSLEPING

Men meet de versleping door het mengsel waarin de versleping plaatsvindt als geheel in aanmerking te nemen. Dit betekent dat het gemiddelde niveau in dit mengsel het uitgangspunt vormt voor het bepalen van de versleping. De versleping wordt als volgt gemeten:

- a. het hele mengsel opnieuw mengen
- b. vijf monsters van dit mengsel nemen en analyseren (V1 tot V6). Het gemiddelde niveau wordt op basis hiervan berekend
- c. De versleping meet men als volgt:

(gemiddelde hoeveelheid in het mengsel waarin de versleping plaatsvindt)

————— x 100%

(dosering in voorgaande mengsel waaruit wordt versleept)



## 4.5. Toetsingsprocedure voor de procesnauwkeurigheid van mengvoeder met microtracers

### 1. TOEPASSINGSGBIED

Deze procedure kan in de diervoederproductie-industrie worden gebruikt om de homogeniteit in voormengsels en mengvoeder of andere deeltjesmengsels te bepalen. Met een geschikte voorbehandeling is het ook van toepassing op een groot aantal matrices, zoals gepelletiseerd diervoeder of geëxtrudeerd diervoeder.

Deze procedure kan ook worden gebruikt om de versleping naar volgende partijen te bepalen.

### 2. DEFINITIES

Microtracer-deeltjes:	Zeer fijne elementaire ijzerdeeltjes gecoat met een niet giftige voedingskleurstof (bijv. Microtracer®-Lakedeeltjes) De kleur is niet zichtbaar in diervoeder en wordt tijdens de analyse behandeld om de kleur te ontwikkelen.
F-deeltjes:	Microtracer-deeltjes met een gemiddelde van 25.000 deeltjes per gram.
FS-deeltjes:	Microtracer-deeltjes met een gemiddelde van 50.000 deeltjes per gram.
FSS-deeltjes:	Microtracer-deeltjes met een gemiddelde van 600.000 deeltjes per gram.
Microtracer-voormengsel:	Bereiding van Microtracer-deeltjes en kalksteen of andere geschikte dragers. Het wordt gebruikt om de Microtracer toe te passen op de productielijn van het diervoeder op dezelfde manier als de micro-ingrediënten van de testpartij worden toegevoegd in de productie-installatie. Elk Microtracer-voormengsel komt van de producent met een analysecertificaat.
Rotary detector:	Roterend permanent magnetisch gereedschap dat wordt gebruikt om kleine magnetische deeltjes kwantitatief te scheiden.

### 3. PRINCIPE

Men moet twee opeenvolgende partijen testen om de homogeniteit en de versleping te controleren. Microtracers worden alleen aan de eerste partij toegevoegd. Ze worden net als andere micro-ingrediënten aan de productielijn van het diervoeder toegevoegd. De gebruikelijke diervoedersamenstelling en -productieprocedure hoeft men niet te wijzigen voor het onderzoek. Men moet erop letten dat er geen extra Microtracer (bijv. voor markering) in het toegevoegde voormengsel zit. Om de homogeniteit te bepalen neemt men monsters direct na de menger en van elk eindvoeder (bijv. meel en/of pellets) aan het einde van de productielijn. Voor de verslepingmetingen neemt men monsters van de tweede partij diervoeder waaraan geen Microtracer is toegevoegd. Men analyseert de monsters op Microtracer-gehalte door de magnetische deeltjes te scheiden met een roterend permanent magnetisch gereedschap, de Rotary detector. Om onderscheid te maken tussen Microtracers en andere magnetische deeltjes maakt men de kleur van de Microtracer-deeltjes zichtbaar en telbaar met behulp van chromatografie.



Het aantal Microtracer-deeltjes bewaakt direct de kwaliteit van het mengen en de hoeveelheid versleping. Beide partijen kan men als diervoeder gebruiken, omdat de Microtracer-deeltjes niet giftig zijn en het voer niet kleuren.

Extra verduidelijking: Zelfs sterke magneten hoeft men niet per se uit te zetten voor het testen, omdat ze het terugwinningspercentage kunnen verlagen, maar geen invloed hebben op de verdeling van de Microtracer.

#### 4. BENODIGDE BEDRIJFSGEGEVENS

De volgende informatie wordt vooraf gevraagd:

1. een stroomdiagram van de productie-installatie om aan te geven waar het Microtracer-voormengsel wordt toegevoegd en waar de monsters zijn genomen
2. verwachte partijgrootte
3. geschikte drager voor de bereiding van Microtracer-voormengsel

De volgende informatie wordt gevraagd tijdens de monstername:

4. computerafdrukken of -kopieën waarop te zien is:
  - a) de samenstelling van het voedermengsel
  - b) de door de computer gevraagde partijgrootte
  - c) de werkelijke partijgrootte volgens het partijprotocol
5. of, als er geen computer is:
  - a) de naam en het artikelnummer van het diervoedermengsel
  - b) de berekende partijgrootte (verkregen door het gewicht van alle bestanddelen bij elkaar op te tellen)
  - c) het aflezen van de werkelijke partijgrootte.

De volgende informatie wordt gevraagd om de partijgrootte voor de menger en de partijgrootte van het eindproduct te kunnen berekenen.

6. gewicht en toevoegingspunt van de vloeibare ingrediënten (molasse, vinasse, enz.)
7. gewicht en toevoegingspunt van vetten/oliën enz.
8. de toevoegingspunten moeten in het stroomdiagram worden genoteerd

#### 5. PLANNING VAN HET ONDERZOEK

Voorafgaand aan de monstername moet het onderzoek in detail worden gepland. Bij kleine partijen (minder dan 100 kg) kan men de pure Microtracer FSS toevoegen, bij grotere partijen voegt men deze als voormengsel toe. Men moet de concentratie en de hoeveelheid van het Microtracer-voormengsel kiezen, zodat later tijdens de analyse 100 - 200 deeltjes per monster op één filtreerpapier kunnen worden geteld. Voor de bereiding van het voormengsel zijn de volgende berekeningen nodig:



## 5.1 HOMOGENITEIT (PARTIJ 1)

### Dosering van de Microtracer-deeltjes:

Benodigde informatie:

- a) te controleren nauwkeurigheid (bijv. 1:100 000)
- b) grootte van het Microtracer-voormengsel [g]
- c) partijgrootte van het testmengsel [g]
- d) aantal Microtracer-deeltjes per gram (uit analysecertificaat)

Berekeningen:

- e) gewicht van toe te voegen pure Microtracer:  
partijgrootte  $\times$  nauwkeurigheid = gewicht van de Microtracer [g] dat in het Microtracer-voormengsel moet worden opgenomen. Het volledige Microtracer-voormengsel voegt men toe aan de eerste partij. (Bij de bereiding van het voormengsel bewaart men een kleine hoeveelheid voor analyse).
- f) men berekent het totale aantal toegevoegde Microtracer-deeltjes:  
gewicht van de Microtracer [g]  $\times$  aantal Microtracer-deeltjes per gram = aantal toegevoegde Microtracer-deeltjes
- g) theoretische concentratie van Microtracer-deeltjes in het diervoeder van de eerste partij:  
aantal toegevoegde deeltjes / partijgrootte = hoeveelheid Microtracer-deeltjes per gram diervoeder

### Voorbeeld:

1. te controleren nauwkeurigheid: 1: 100 000
2. gewicht van de toegevoegd Microtracer-voormengsel: 4000 g
3. partijgrootte van het testmengsel 1000 kg = 1 000 000 g
4. Microtracer FSS heeft ongeveer 600 000 deeltjes per gram

Berekeningen:

- h) toe te voegen microtracer-gewicht:  $1\ 000\ 000\ \text{g} \times 1:100\ 000 = 10\ \text{g}$ .  
Een Microtracer-voormengsel bereidt men met 10 g Microtracer FSS en 3990 g kalksteen (of een andere geschikte drager).
- i) totaal aantal deeltjes:  $10 \times 600\ 000 = 6.000.000$  deeltjes. Het volledige Microtracer-voormengsel voegt men toe aan de eerste 1000 kg testpartij in de diervoederproductie.
- j) theoretische concentratie in de eerste partij:  $6\ 000\ 000 / 1\ 000\ 000\ \text{g} = 6$  deeltjes per gram diervoeder.

### Monstergrootte voor Microtracer-analyse:

De monstergrootte voor elke Microtracer-analyse kiest men zo dat deze 100 - 200 deeltjes per filterpapier oplevert.

### Voorbeeld:

In het gegeven voorbeeld moeten monsters van 20 g  $20\ \text{g} \times 6$  deeltjes per g = 120 deeltjes bevatten die gemakkelijk op één filterpapier te tellen zijn.

Monstername vanaf de productielijn:

Om de homogeniteit te bepalen neemt men de monsters van partij 1 direct na de menger of, indien technisch onmogelijk, direct uit de menger en van elke laatste diervoeder aan het einde van de productielijn. Op elke monsternameplaats neemt men ca. 20 monsters (bijv. na de menger HM1 - HM20 en uit het eindproduct HF1 - HF20) die zo goed mogelijk gespreid zijn over de duur van de partij.

De monstergrootte moet het mogelijk maken elk monster ten minste drie keer te analyseren. Meestal is een monster van 100 g voldoende.

**5.2 VERSLEPING (PARTIJ 2)**Geen toevoeging van Microtracer-deeltjes:

Om de versleping te controleren voegt men geen Microtracer-deeltjes toe aan de tweede, volgende partij. Deze partij moet dezelfde weg door de productielijn volgen (bijv. dezelfde silo's, dezelfde transportbanden) als partij 1 van de homogeniteit. Men meet het verslepingsniveau van Microtracer-deeltjes uit de eerste partij.

Monstergrootte voor Microtracer-analyse:

Meestal verwacht men zeer lage hoeveelheden Microtracer-deeltjes. Men analyseert ongeveer 400 - 1000 g van elk monster. Aangezien de hoogste versleping te verwachten is in de eerste drie monsters, analyseert men ongeveer de helft van het monstergewicht voor monsters C 1 - C 3 (zie hoofdstuk 9).

Monstername vanaf de productielijn:

Men neemt ca. 20 monsters (C1 - C20) aan het eind van de productielijn uit al het eindvoeder, gelijkmatig verdeeld over de gehele doorstroomtijd. Naar verwachting is de versleping bij de eerste monsters hoger en aan het eind zeer laag. Meestal is een monstergrootte van 400 - 1000g voldoende.

**5.3 VERDERE MONSTERNAMEPLAATSEN**

Indien verdere monsternameplaatsen nodig zijn, moet men de monstername plannen volgens het doel van de meting, in overeenstemming met de principes die zijn vastgelegd in § 5.1 en § 5.2.

Tracer en concentratie	Monstergrootte voor homogeniteit (uit partij 1)	Monstergrootte voor versleping (van partij 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. UITRUSTING EN GEREEDSCHAP

Voor het nemen van monsters in het productiebedrijf is het volgende nodig:

- voor homogeniteitstoetsing: ca. 40 kleine plastic monsterzakken (200 ml), voorzien van een monstercode
- voor verslepingsstoetsing: ca. 20 grote plastic zakken (2000 ml), voorzien van een monstercode
- voor elke extra monsternameplaats: ca. 20 plastic zakken (het volume is afhankelijk van de verwachte concentratie Microtracer), voorzien van een monstercode
- adequaat monsternamegereedschap (bijv. kleine en grote schep om de monsters in de zakken te scheppen)

Om de inhoud van de Microtracer te analyseren:

- zie paragraaf 9

## 7. MONSTERNAME VAN DE PRODUCTIELIJN

Het Microtracer-voormengsel wordt in de in paragraaf 5 geplande concentratie verkregen en op dezelfde manier aan de menger toegevoegd als de micro-ingrediënten tijdens het productieproces (bv. microdoseringssilo, rechtstreeks in de menger, of via handmatig storten in de menger). De monsters worden genomen zoals gepland (zie paragraaf 5) en vrijwel luchtdicht opgeslagen in monsterzakken.

De monstername moet men bewaren als gedocumenteerde informatie in een monsternameprotocol, dat bestaat uit:

- a) datum van monstername
- b) naam van het personeel dat de monstername uitvoert
- c) partijgegevens (zie paragraaf 5)
- d) aantal monsters
- e) plaats, waar monsters worden genomen
- f) monstercodes
- g) alle andere relevante informatie

De monsters worden droog opgeslagen bij kamertemperatuur (als er geen speciale voorwaarden zijn) en tijdig naar het laboratorium overgebracht.

## 8. BEREIDING VAN MONSTERS

Als de genomen monsters niet in meelvorm zijn (bijv. gepelletiseerd of geëxtrudeerd diervoeder) moet men de monsters vermalen in een geschikte molen (bv. Retschmolen, 1mm-zeef).

Men moet de monsters vermalen in volgorde van de verwachte toename van het Microtracer-gehalte, d.w.z. beginnend met de laatste monsters van partij 2. In partij 1 is de volgorde van malen niet cruciaal, omdat alle monsters dezelfde hoeveelheid Microtracer-deeltjes moeten bevatten.



Reinig de molen grondig na elk monster: gebruik perslucht, demonteer relevante onderdelen, veeg met een borstel of een handbezem en/of gebruik een stofzuiger. Versleping van materiaal van voorgaande monsters is niet toegestaan.

## 9. BEPALING VAN MICROTRACER-DEELTJES

### Uitrusting:

1. Rotary detector
2. Demagnetiseeruitrusting
3. Handschoenen
4. Papier en potlood
5. Geschikt vat en geschikte eetlepel voor weging
6. Weegschaal
7. Klein filtreerpapier, diameter: 70 mm
8. Groot filtreerpapier, diameter: 180 mm of groter, bijv. DIN A4.
9. Ventilatorborstel
10. Reservoir voor ontwikkeloplossing
11. Geschikt absorberend papier
12. Pincet
13. Verwarmingsplaat (110°C)

### Chemicaliën:

ontwikkeloplossing: 7 % natriumcarbonaatoplossing.

### Volgorde van de analyse:

In het laboratorium worden de monsters geanalyseerd in de volgorde van het verwachte toenemende aantal Microtracer-deeltjes, d.w.z. van C20 tot C1 en van H1 tot H20 (de volgorde is hier niet relevant).

### Monstergrootte voor analyse:

#### 1. versleping:

Voor de analyse van de versleping moet de geanalyseerde hoeveelheid van het monster ongeveer 400 g tot 1000 g bedragen. Hoe lager het verwachte verslepingsniveau is, hoe groter de monsterhoeveelheid moet zijn.

Voorbeeld: Men moet ongeveer 800 g tot 1000 g monsters analyseren voor een verwacht verslepingsniveau van minder dan 1%. Om het juiste monstergewicht te vinden analyseert u 500 g van een monster uit het midden van de diervoederstroom (bijv. monster C10). Tel de deeltjes en pas het gewicht aan, zodat u indien mogelijk minimaal 30 deeltjes telt. Weeg zo nodig minder (mag de helft zijn, d.w.z. 250 g) voor de eerste drie monsters met de hoogste verwachte versleping, omdat het aantal deeltjes per filter niet meer dan 200 mag bedragen. Voor installaties met een zeer lage verwachte versleping mag het aantal deeltjes per monster minder dan 30 bedragen.





2. homogeniteit:

De hoeveelheid van het monster is in paragraaf 4 geschat. Om te controleren of dit het juiste monstergewicht is, moet u 20 g van een monster uit het midden van de diervoederstroom (bijv. monster H10) analyseren. Tel de deeltjes en pas het gewicht aan, zodat u 100 - 200 deeltjes per filter telt. Analyseer ongeveer dit gewicht voor alle monsters uit de homogeniteitspartij. Weeg niet precies dit gewicht, maar weeg over het algemeen twee eetlepels en noteer het exacte gewicht.

Uitvoering van de analyse:

- a) Tijdens de analyse moet men handschoenen gebruiken.
- b) Plaats een klein filtreerpapier op de magneet in de Rotary detector en vervang de top hopper.
- c) Weeg de hoeveelheid te testen monster af. Noteer het gewicht.
- d) Zet de Rotary detector aan (normale stand, zie handleiding Rotary detector).
- e) Breng het monster volledig over in de Rotary detector met behulp van een schone borstel.
- f) Verwijder de top hopper van de Rotary detector (Autostop: de roterende magneet stopt automatisch).
- g) Zet de Rotary detector aan voor de zogenaamde "borstelmodus" (de Rotary detector werkt vijf seconden en stopt dan weer automatisch). Reinig binnen deze vijf seconden het kleine filtreerpapier en de rand van de fixatiering van lichte stoffen van het diervoeder (voornamelijk fijne stofdeeltjes) met behulp van een borstel.
- h) Maak het grote filtreerpapier volledig nat in de ontwikkelvloeistofbak, leg het filtreerpapier op een schoon, glad werkoppervlak en absorbeer overtollige ontwikkelvloeistof met papier.
- i) Verwijder de fixatiering van de magneet en til het kleine filtreerpapier voorzichtig recht omhoog van de rotatiemagneet zonder Microtracer-deeltjes te verliezen.
- j) Demagnetiseer de Microtracer-deeltjes op het kleine filtreerpapier: houd het kleine filtreerpapier boven het demagnetiseerapparaat op een afstand van ongeveer een cm, zet het demagnetiseerapparaat aan met de andere hand, til het kleine filtreerpapier recht omhoog zonder het demagnetiseerapparaat uit te schakelen, zet daarna het demagnetiseerapparaat uit
- k) Til het kleine filtreerpapier horizontaal over boven het grote filtreerpapier.



- l) Strooi de Microtracer-deeltjes van het kleine filtreerpapier op het grote filtreerpapier, zodat alle deeltjes gescheiden liggen: raak hiervoor met één vinger de Microtracer-deeltjes op het kleine filtreerpapier aan en beweeg het kleine filtreerpapier langzaam boven het grote filtreerpapier om de deeltjes met deze vinger over het grote filtreerpapier te verspreiden. Draai het kleine filtreerpapier en tik op de achterkant van het kleine filtreerpapier om alle deeltjes van het filter te verwijderen. Tik een keer met uw vinger op de rand van het grote filtreerpapier om deeltjes te verwijderen, voor het geval ze aan uw vinger vastzitten.
- m) Leg na ongeveer 10 seconden het grote filtreerpapier op de verwarmingsplaat. De kleurontwikkeling van de Microtracer-deeltjes stopt door de warmte.
- n) Haal het grote filtreerpapier met een pincet van de verwarmingsplaat, als het droog is.
- o) Label het grote filtreerpapier met een potlood.  
*N.B.: Reinig de werkplek droog na elk monster.*

## 10. EVALUATIE

Elk Microtracer-deeltje ontwikkelt zich tot een gekleurde stip op het grote filtreerpapier. Het aantal gekleurde stippen is gelijk aan het aantal deeltjes. De stippen worden geteld met het blote oog of met een geschikt computerondersteund systeem (bijv. TraCo beeldbeoordeling en evaluatiesysteem).

Om tot correcte resultaten te komen wordt de statistische evaluatie uitgevoerd volgens de Poissonverdeling.

### 1. Evaluatie van homogeniteit

De volgende statistische gegevens zijn relevant:

- a) Aantal geanalyseerde monsters (=n)
- b) Gemiddeld aantal Microtracer-deeltjes in partij 1 (=X<sub>m</sub>)
- c) Aantal Microtracer-deeltjes in verschillende monsters, gecorrigeerd voor 20 g monstergrootte (=X<sub>n</sub>)
- d) Aantal graden vrijheid van het systeem (= n - 1)
- e) De som van de kwadraten van het verschil tussen het aantal Microtracer-deeltjes in verschillende monsters (X<sub>n</sub>) en het gemiddelde aantal Microtracer-deeltjes in partij 1 (X<sub>m</sub>) geeft S.  
$$S = \sum (X_n - X_m)^2.$$
- f) Chi-kwadraatwaarde (=S/X<sub>m</sub>)
- g) De waarschijnlijkheid p in % kan worden berekend met behulp van chi-kwadraat en het aantal graden vrijheid, bijvoorbeeld met Excel met behulp van de CHIVERT-functie.  
$$p \text{ in } \% = \text{CHIVERT}(\text{chi-kwadraat}; \text{aantal graden vrijheid}) \times 100$$
- h) Microtracer recovery in %  
$$\text{recovery in } \% = X_m \times 100 / \text{aantal Microtracer-deeltjes toegevoegd aan partij 1}$$



Met behulp van de waarschijnlijkheid  $p$  in % wordt de beoordeling van de homogeniteit als volgt gedefinieerd:

- i) als  $p \geq 25$  %, dan kan worden afgeleid dat het mengsel uitstekend is. Hoe dichter de  $p$ -waarde bij 100 % ligt, hoe beter het mengsel is.
- j) als  $5\% \leq p < 25$  %, dan kan worden afgeleid dat het mengsel goed is.
- k) als  $1\% \leq p < 5$  %, dan kan geen duidelijke statistische conclusie worden getrokken. Aanbevolen wordt de test te herhalen.
- l) als  $p < 1$  % kan worden geconcludeerd dat het mengsel niet homogeen is.

De Microtracer recovery moet  $100\% \pm 15\%$  bedragen. Redenen voor een lage recovery zijn meestal te vinden in de productie-installatie, d.w.z. als niet alle Microtracer-voormengsels de menger hebben bereikt of sterke externe magneten een klein deel van de Microtracer eruit halen (dit heeft geen invloed op het testresultaat).

#### Voorbeeld 1: Homogeen mengsel

Monsternummer $n$	Gecorrigeerd aantal getelde deeltjes $X_n$	Verskil $X_n - X_m$	Kwadraat van het verschil $(X_n - X_m)^2$
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
	Gemiddelde $X_m = 113$		Som $S = 860$

aantal monsters:

$$n = 10$$

aantal graden vrijheid:

$$n - 1 = 9$$

Chi-kwadraat:

$$\text{chi-kwadraat} = 860 / 113 = 7,6$$

$p$  in %:

$$p \text{ in } \% = \text{CHIVERT}(7.6;9) \cdot 100 = 56$$

Resultaat: De berekende waarschijnlijkheid (56 %) is hoger dan 25 %. Het mengsel is uitstekend.

Voorbeeld 2: Niet-homogeen mengsel

Monsternummer n	Gecorrigeerd aantal getelde deeltjes $X_n$	Verskil $X_n - X_m$	Kwadraat van het verschil $(X_n - X_m)^2$
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
	Gemiddelde $X_m = 148$		Som S = 27110

aantal monsters:  $n = 10$

aantal graden vrijheid:  $n - 1 = 9$

Chi-kwadraat:  $\text{chi-kwadraat} = 27110 / 148 = 183$

p in %:  $p \text{ in \%} = \text{CHIVERT}(183;9) \times 100 = 0$

Resultaat: De berekende waarschijnlijkheid (0 %) is minder dan 1 %. Het mengsel is niet homogeen.

Opmerkingen over de evaluatie van de gegevens:Eerste monsters van partij 1:

Het Microtracer-niveau in de eerste monsters van partij 1 kan lager zijn dan in de volgende monsters, afhankelijk van de plaats van monsternamen. Dit effect noemt men "negatieve versleping", omdat deze eerste monsters een grote kans hebben om te worden gemengd met product uit de voorgaande partij waaraan geen Microtracer is toegevoegd.

Procedures voor sterk afwijkende enkelvoudige waarden:

Als het aantal deeltjes van één monster ( $X_i$ ) meer dan 20 % afwijkt van het gemiddelde van alle geanalyseerde monsters ( $X_m$ ), moet men de analyse van dit monster herhalen. Er kunnen zich drie verschillende situaties voordoen:

- alle drie de geanalyseerde aantallen deeltjes liggen dicht bij elkaar (verschil minder dan 20 %), dan wordt de eerste analyse van de drie aantallen deeltjes gekozen voor de berekening van de uniformiteit.
- twee geanalyseerde aantallen deeltjes liggen dicht bij elkaar (verschil minder dan 20 %), het derde geanalyseerde aantal deeltjes varieert meer dan 20 %. De eerste analyse van de twee dicht bij elkaar liggende aantallen deeltjes wordt gekozen voor de berekening van de uniformiteit.
- alle drie de geanalyseerde aantallen deeltjes verschillen meer dan 20 % van elkaar. Dit betekent dat het monster niet homogeen is. Het monster voor en na dit specifieke monster moet worden geanalyseerd. Voorbeeld: Monster 5 is niet-homogeen, monster 4 en monster 6 moeten worden geanalyseerd. Als monster 4 en 6 geschikt zijn voor de evaluatie van de homogeniteit, wordt monster 5 weggelaten.



## 2. Evaluatie van de versleping

De volgende statistische gegevens zijn relevant:

- a) gemiddeld monstergewicht in partij 2 ( $=w_m$ )
- b) voor elk monster: gemiddeld aantal Microtracer-deeltjes voor  $w_m$  in partij 2
- c) het verwachte aantal Microtracer-deeltjes voor  $w_m$  in partij 1 (d.w.z. 100 % versleping).
- d) voor elk monster: verslepingsniveau in %.
- e) gemiddeld verslepingsniveau in %

## 11 RAPPORTAGE

Het volgende zal worden gerapporteerd:

- a) bedrijfsspecifieke informatie (*paragraaf 4 van dit hoofdstuk*)
- b) bijzonderheden over de monsternamen (*paragraaf 7 van dit hoofdstuk*)
- c) indien relevant, informatie over de bereiding van de monsters (*paragraaf 8 van dit hoofdstuk*)

Voor elke groep monsters:

- d) Het gemeten en gecorrigeerde aantal Microtracer-deeltjes
- e) De relevante statistische gegevens voor respectievelijk homogeniteit en versleping

## 12 LITERATUUR

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. Methoden voor het meten van de homogeniteit van droge mengsels <sup>1</sup>

### 5.1 Introductie

Het GMP+ gecertificeerde bedrijf mengt voedermiddelen, toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen uniform door het diervoeder in overeenstemming met de voorwaarden in TS 1.11 *Basisvoorwaarden programma* en TS 1.10 *Operationele activiteiten*. Het meten van de homogeniteit van mengsels is in overeenstemming met de protocollen die uiteen zijn gezet in dit hoofdstuk.

### 5.2 Frequentie

Er moet op iedere menginstallatie een homogeniteitstest worden uitgevoerd. Deze test moet ten minste worden uitgevoerd,

- a) bij het eerste gebruik van de installatie.
- b) bij iedere significante wijziging aan de installatie.
- c) iedere vier jaar

### 5.3 Meten van homogeniteit

#### 5.3.1 Algemeen

De meting van homogeniteit wordt statistisch bepaald door het gebruik van directe of indirecte methoden.

#### 5.3.2 Directe methoden

Directe methoden voor het meten van homogeniteit zijn gebaseerd op het **tellen van deeltjes**. Zogeheten microtracers worden gebruikt als een meetsubstantie. Twee verschillende microtracers zijn geschikt voor de homogeniteitsanalyse: Microtracer F en Microtracer FSS. Toepassing van deze methodes leidt tot analyseresultaten die worden geanalyseerd als Poisson distributies. Homogeniteit wordt uitgedrukt in termen van waarschijnlijkheid (p). De toepassing van deze methoden moet in overeenstemming zijn met de beschrijving van de methode in § 4.5 hierboven.

---

<sup>1</sup> Droog mengvoeder of droge voormengsels. Mengsels van vloeibaar diervoeder, emulsies, suspensies, vallen niet onder de scope.



**+ Gebruikerstip:**

Voorbeeld van de berekening van homogeniteit met de directe Microtracer FSS methode. Dosering van Microtracer FSS is 10 g per ton testmengsel.

<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		
<b>Analytical results:</b>				
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
<b>Statistical Evaluation:</b>				
Number of Data		22		
Degrees of Freedom		21		
Mean, Particles		85		
Standard Deviation, +/- Particles		7		
c <sup>2</sup> Chi-square =		13,02		
<b>Probability, %</b>		<b>91</b>		
Tracer Recovery, % =		104		
<b>Mixing uniformity:</b>				
<b>Mixing is excellent.</b>				

  

	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 Indirecte methoden

Indirecte methoden voor het meten van homogeniteit zijn gebaseerd op het **bepalen van een concentratie van een** stof (Microtracer RF Lake Blue of toevoegingsmiddel). Indirecte methoden zijn:

- a) Methode met tracer Microtracer RF Lake Blue.
- b) Methode met tracer bestaande uit een toevoegingsmiddel (Salinomycine).
- c) Methode met een mengsel van Mangaanoxide en een eiwitrijk en eiwitarm mengsel.

Toepassing van deze methode leidt tot analyseresultaten die worden beschouwd als normale distributies. De homogeniteit wordt bepaald door het variatiecoëfficiënt (CV). De toepassing van de bovenstaande indirecte methoden moet in overeenstemming zijn met de beschrijvingen in § 4.5.

### 5.4 Interpretatie van homogeniteitsresultaten

Afhankelijk van de gebruikte methode, moeten de resultaten worden geïnterpreteerd op basis van de normen in de volgende tabellen.

Bepaling van homogeniteit door middel van directe methoden

Waarschijnlijkheid p	Beoordeling
$p \leq 1\%$	Onvoldoende
$1\% < p < 5\%$	Waarschijnlijk significante afwijking. Er kan geen ondubbelzinnige uitspraak worden gedaan. De test moet worden herhaald.
$P \geq 5\%$	Goede homogeniteit

Bepaling van homogeniteit door middel van indirecte methoden

Variatiecoëfficiënt CV	Beoordeling
$CV \leq 8\%$	Goede homogeniteit
$8\% < CV < 12\%$	Acceptabele homogeniteit
$CV \geq 12\%$	Onvoldoende

Indien de homogeniteit van het mengsel wordt beoordeeld als onvoldoende, dan moet het GMP+ gecertificeerde bedrijf:

- de waarschijnlijke oorzaak/oorzaken rapporteren
- correctieve maatregelen uitvoeren
- een nieuwe homogeniteitsonderzoek uitvoeren om te verifiëren of de genomen maatregelen hebben geleid tot een goede homogeniteit.





## Appendix: Aanvullende informatie over de veiligheidsfactor voor een aantal diergeneesmiddelen, die zijn goedgekeurd voor de Nederlandse markt

Naam	Producent/importeur	Veiligheidsfactor	
		Varkens	Overig
<b>Doxycyclinehydraat / broomhexinehydrochloride</b>			
Feedmix Doxy-B	Dopharma Research B.V.	2,5	2,5
Pulmodox 5% Premix	Virbac Laboratories	2,5	2,5
Doxyprex	Industrial Veterinaria S. A.	2,5	2,5
<b>Sulfadiazinenatrium / Trimethoprim</b>			
Feedmix Trim/sul 80/420	Aesculaap BV	3	3
Trimethosulf premix	Eurovet Animal Health B.V.	3	2
Feedmix sulfatrim	Dopharma Research B.V.	3	3
<b>Sulfamethoxazol / Trimethoprim</b>			
Feedmix TS	Dopharma Research B.V.	3	3
Vetmulin 10% premix voor geneesmiddelen voeder	Huvepharma N.V.	1	1
<b>Tilmicosinefosfaat</b>			
Tilmovet 10%, premix voor geneesmiddelen voeder voor varkens	Huvepharma N.V.	1	1
Tilmovet 4%	Huvepharma N.V.	1	1
Tilmovet 20%, premix voor geneesmiddelen voeder voor varkens	Huvepharma N.V.	1	1
<b>Tylosinefosfaat</b>			
Pharmasin 20 mg/g premix	Huvepharma N.V.	1	1
Pharmasin 100mg/g premix voor geneesmiddelen voeder voor varkens, vleeskuikens en opfokleghennen	Huvepharma N.V.	1	1
Pharmasin 250mg/g premix voor geneesmiddelen voeder voor varkens, vleeskuikens en opfokleghennen	Huvepharma N.V.	1	1
Flubendazol (verschillende mengsels)		3	3
Ivermectine (verschillende mengsels)		3	3



## Feed Support Products

Dat was veel informatie om te verwerken en je zou je kunnen afvragen, wat is de volgende stap? Gelukkig kunnen wij hierbij ondersteuning bieden aan onze GMP+ Community. We bieden ondersteuning door middel van verschillende tools en begeleiding, maar omdat elk bedrijf een gedeelde verantwoordelijkheid heeft voor voederveiligheid, kunnen maatwerkoplossingen niet worden geboden. We helpen echter wel door voorwaarden uit te leggen en achtergrondinformatie te geven over de voorwaarden.

We hebben diverse support materialen ontwikkeld voor de GMP+ Community. Deze bevatten verschillende tools, variërend van documenten met veelgestelde vragen (FAQ) tot webinars en evenementen.

### **Ondersteunend materiaal met betrekking tot dit document (richtlijnen en FAQ's)**

GMP+ heeft documenten beschikbaar gesteld die een leidraad geven bij de GMP+ voorwaarden zoals vastgelegd in de module GMP+ FSA en FRA. Deze documenten geven voorbeelden, antwoorden op veel gestelde vragen of achtergrondinformatie.

### Vind onze Feed Support Products hier:

#### Guidelines

Meer informatie: <https://gmpplus.org/nl/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](mailto:info@gmpplus.org)

Disclaimer:

Deze publicatie is vastgesteld om belangstellenden te informeren over GMP+ normen. De publicatie wordt regelmatig geactualiseerd. GMP+ International B.V. is niet aansprakelijk voor eventuele onvolkomenheden in deze publicatie.

© GMP+ International B.V.

Alle rechten voorbehouden. De informatie uit deze publicatie mag worden geraadpleegd op het scherm, gedownload en geprint, mits dit gebeurt voor eigen, niet-commercieel gebruik. Voor ieder ander gewenst gebruik dient vooraf schriftelijke toestemming van GMP+ International B.V. te worden verkregen.