



Beheersing van residuen

GMP+ BA 2

Versie NL: 1 juli 2018

GMP+ Feed Certification scheme



Historie van het document

Revisie nr./ Datum van goedkeuring	Wijziging	Heeft betrekking op	Uiterste implementatie- datum
0.0 / 06-2014	Dit is een nieuw document. De inhoud bestaat uit het voormalige Deel B van GMP+ BA1 <i>Specifieke voedselveiligheidsnormen en het voormalige Deel B van GMP+ BA4 Minimumvoorwaarden inspectie en analyse.</i> De mogelijkheid is aangegrepen om een aantal voorwaarden bij te werken.	Gehele Document	01.01.2015 Behalve de paragrafen 4.2.4 en 4.2.5, welke m.i.v. 01.10.2015 geïmplementeerd dienen te zijn.
1.0 / 04-2017	Methoden voor het meten van de homogeniteit van droge mengsels is toegevoegd Foutieve verwijzingen aangepast.	6 5	01.07.2018
1.1 / 05-2018	Aanpassing norm Decoquinat, als gevolg van wijzigingen in wetgeving	Hoofdstuk 3	01.07.2018

Redactionele opmerking:

Alle wijzigingen in deze versie van het document zijn zichtbaar gemaakt. Dit is hoe u:

- Nieuwe tekst
- ~~Oude tekst~~

kunt herkennen.

De wijzigingen moeten door de deelnemer uiterlijk op de uiterste implementatie datum worden geïmplementeerd.

INHOUDSOPGAVE

1	INLEIDING	4
1.1	ALGEMEEN.....	4
1.2	STRUCTUUR VAN HET GMP+ FEED CERTIFICATION SCHEME.....	4
1.3	SCOPE	5
2	ACHTERGRONDINFORMATIE	6
3	LIMIETEN VOOR KRITISCHE RESIDUEN	8
4	AANVULLENDE VOORWAARDEN VOOR DE BEHEERSING VAN RESIDUEN.....	13
4.1	ALGEMEEN / INSTALLATIE	13
4.2	BEHEERSING VAN RESIDUEN VIA PRODUCTIEVOLGORDE	14
4.2.1	<i>Algemeen.....</i>	14
4.2.2	<i>Versleppingspercentage van installatie.....</i>	14
4.2.3	<i>Veiligheidsfactor.....</i>	15
4.2.4	<i>Validatie en periodieke verificatie ('monitoring').....</i>	15
4.2.5	<i>Aanvullende informatie omtrent veiligheidsfactor.....</i>	17
5	METHODEN VOOR METING VAN VERSLEPING	19
5.1	INLEIDING	19
5.2	ALGEMENE UITGANGSPUNTEN MET BETREKKING TOT HET METEN VAN VERSLEPING	20
5.3	TOETSINGSPROCEDURE PROCESNAUWKEURIGHEID MET KOBALT (REFERENTIEMETHODE) 24	
5.4	TOETSINGSPROCEDURE VOOR VERSLEPING BIJ DE MENGVOEDERBEREIDING MET BEHULP VAN KOBALTMENGSELS.....	35
5.5	TOETSINGSPROCEDURE VOOR DE VERSLEPING BIJ DE MENGVOEDERBEREIDING MET BEHULP VAN EEN MANGAAN EN EEN EIWIJRIJK RESP. EIWIJARM MENGSEL.....	41
5.6	TOETSINGSPROCEDURE VOOR HET METEN VAN VERSLEPING IN VOORMENGSELS- EN TOEVOEGINGSMIDDELENINSTALLATIES	47
5.7	TOETSINGSPROCEDURE VOOR HET METEN VAN VERSLEPING MET BEHULP VAN MICROTRACERS	48
5.8	TOETSINGSPROCEDURE VOOR HET METEN VAN VERSLEPING MET BEHULP VAN MICROTRACERS MIDDELS WEGING	58
5.9	TOETSINGSPROCEDURE VOOR HET METEN VAN VERSLEPING BIJ DIERVOEDERBEREIDING MET BEHULP VAN METHYLVIOLET	60
6	METHODES VOOR HET METEN VAN DE HOMOGENITEIT VAN DROGE MENGSELS	61

1 INLEIDING

1.1 Algemeen

Het GMP+ Feed Certification scheme is geïnitieerd en ontwikkeld in 1992 door de Nederlandse diervoederindustrie als reactie op verschillende ernstige en minder ernstige incidenten met betrekking tot de besmetting van voedermiddelen. Het werd in eerste instantie opgezet als een nationaal schema, maar is uitgegroeid tot een internationaal schema dat wordt beheerd door GMP+ International in samenwerking met verschillende internationale belanghebbenden.

Hoewel het GMP+ Feed Certification scheme is ontstaan vanuit het perspectief van de veiligheid van diervoeder, is in 2013 de eerste standaard voor verantwoord diervoeder gepubliceerd. Daartoe zijn twee modules ontwikkeld; GMP+ Feed Safety Assurance (gericht op diervoederveiligheid) en GMP+ Feed Responsibility Assurance (gericht op verantwoord diervoeder).

GMP+ Feed Safety Assurance is een complete module met normen voor de waarborging van veilig diervoeder in alle schakels van de diervoederketen. Aantoonbare waarborging van veilig diervoeder geldt als een 'license to sell' in veel landen en markten en deelname aan de GMP+ FSA module kan dit uitstekend faciliteren. Op basis van praktijkbehoeften, zijn verschillende componenten geïntegreerd in de GMP+ FSA-normen, zoals voorwaarden voor een feed safety management system, voor de toepassing van HACCP-beginselen tot aan traceerbaarheid, monitoring, basisvoorwaardenprogramma's, ketenaanpak en het Early Warning System.

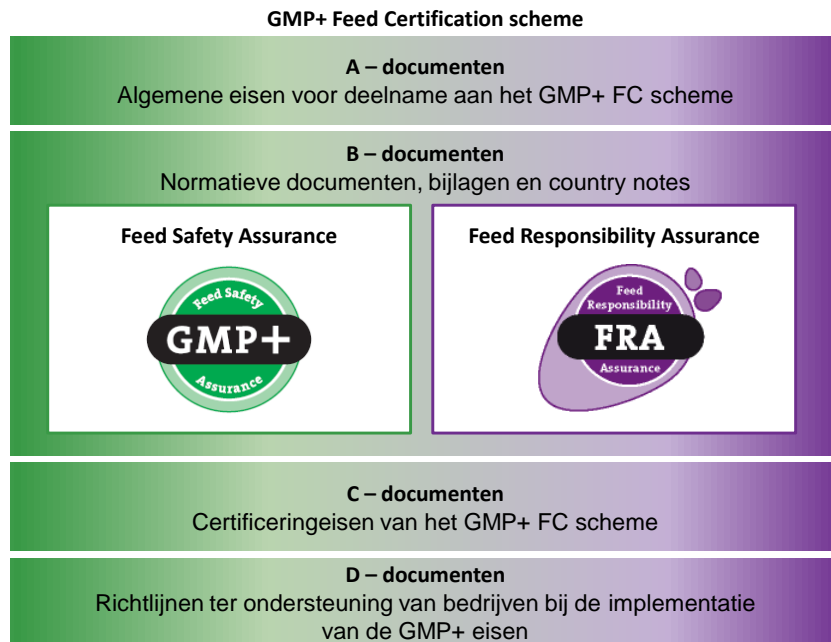
Met de ontwikkeling van de GMP+ Feed Responsibility Assurance module, reageert GMP+ International op de wensen van GMP+-deelnemers. Men verlangt van de diervoedersector dat zij op verantwoordelijkere wijze te werk gaat. Dit omvat bijvoorbeeld het inkopen van soja en vismeel die zijn geproduceerd en worden verhandeld met respect voor mensen, dieren en het milieu. Om aan te kunnen tonen dat de productie en handel op verantwoorde wijze plaatsvindt, kan een bedrijf zich laten certificeren voor de GMP+ Feed Responsibility Assurance. GMP+ International faciliteert de behoeften vanuit de markt via onafhankelijke certificering.

Samen met de partners van GMP+, definieert GMP+ International op transparante wijze voorwaarden in de Feed Certification scheme. Certificatie-instellingen kunnen zelfstandig GMP+-certificatie uitvoeren.

GMP+ International ondersteunt de GMP+ deelnemers met nuttige en praktische informatie door middel van een aantal hulpdocumenten, databases, nieuwsbrieven, vraag- en antwoordlijsten en seminars.

1.2 Structuur van het GMP+ Feed Certification scheme

De documenten in het GMP+ Feed Certification scheme zijn onderverdeeld in een aantal reeksen. De volgende pagina toont een schematische weergave van de inhoud van het GMP+ Feed Certification scheme:



Al deze documenten zijn beschikbaar via de website van GMP+ International (www.gmpplus.org).

Het onderhavige document wordt aangeduid als de standaard GMP+ BA2 *Beheersing van residuen* en maakt onderdeel uit van de GMP+ FSA module.

1.3 Scope

In deze Appendix zijn specifieke voorwaarden met betrekking tot de beheersing van residuen van een aantal diergeneesmiddelen en toevoegingsmiddelen uiteengezet in diervoeders.

- Hoofdstuk 2 definieert een aantal algemene voorwaarden.
- In Hoofdstuk 3 zijn limieten voor residuen van een aantal diergeneesmiddelen en toevoegingsmiddelen uiteengezet. Deze limieten mogen niet worden overschreden.

Toelichting

Diergeneesmiddelen en toevoegingsmiddelen zijn kritisch wanneer hun residuen aanwezig kunnen zijn in melk, vlees of eieren, maar daarin ongewenst zijn. Het gehalte van deze residuen in diervoeder moet worden beheerst en mag bepaalde limieten niet overschrijden.

- Hoofdstuk 4 definieert aanvullende voorwaarden voor de beheersing van deze diergeneesmiddelen en toevoegingsmiddelen. Er worden verschillende opties geboden.
- In Hoofdstuk 5 van deze bijlage, wordt een aantal protocollen uiteengezet om de versleping van een diervoeder productie installatie te meten. Bij het meten van het versleppingspercentage van installaties en apparatuur, dient één van deze protocollen te worden toegepast. Echter, wanneer, uit hoofde van nationale wetgeving, de toepassing van specifieke methoden voor het meten van de versleping vereist is, dan zijn deze methoden en hun resultaten ook acceptabel.

2 Achtergrondinformatie

1. Het correcte gebruik van toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen bij de productie van (meng) voeder of voormengsel, draagt bij aan veilig diervoeder en veilige levensmiddelen. Om die reden, bevatten GMP+ standaarden voorwaarden ter beheersing van het gebruik van diergeneesmiddelen en toevoegingsmiddelen, inclusief hun residuen. De deelnemer dient ervoor te zorgen dat
 - a. de juiste diergeneesmiddelen en toevoegingsmiddelen worden gedoseerd in de juiste hoeveelheid, in het juiste diervoeder.
 - b. (residu van) deze toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen zijn niet aanwezig in alle andere diervoeders of overschrijden in ieder geval geen maximumlimieten (de zogeheten limieten) in die andere diervoeders.
2. De residulimieten in deze bijlage zijn voornamelijk gebaseerd op EU-wetgeving. Deze residulimieten zijn overgenomen in de GMP+ FSA module. Een bedrijf dat deelneemt aan de GMP+ FC scheme, zowel binnen of buiten Europa – dient – waar van toepassing – zich te houden aan deze residulimieten.

In het algemeen is het residulimiet van een bepaald toevoegingsmiddel of diergeneesmiddel een percentage van het maximale gehalte dat in diervoeder vermengd mag worden. In de EU-diervoederwetgeving zijn residulimieten uiteengezet, op basis van de factoren in de hiernavolgende tabel.

Toevoegingsmiddel/diergeneesmiddel	Max. percentage (%)	Opmerking
Coccidiostatica	1	Voor kritisch diervoeder
	3	Voor overig diervoeder
Antibiotica	2.5	

Deze limieten zijn gespecificeerd in de tabel in hoofdstuk 3. Daarnaast zijn in deze tabel residulimieten gespecificeerd voor een aantal overige stoffen, voornamelijk berekend met een 'max 2,5%-factor'.

3. In de EU-wetgeving zijn alleen residulimieten gespecificeerd voor toevoegingsmiddelen die in de EU zijn goedgekeurd voor gebruik in diervoeder. In overige delen van de wereld, zijn ook andere stoffen (specifieke coccidiostatica -'diergeneesmiddelen' of producten zoals Olaquinox en Carbadox) toegestaan voor gebruik als diergeneesmiddelen of toevoegingsmiddelen. De residulimieten voor deze producten dient te worden berekend op basis van de bovenstaande percentages. In de tabel in Hoofdstuk 3, dienen deze producten te worden ingedeeld onder 'Overige stoffen waarvoor een wachttijd is vastgesteld'.

Toelichting

'Overige stoffen waarvoor een wachttijd is vastgesteld' zijn producten

- die met opzet worden toegevoegd aan het diervoeder met de intentie de prestaties, productie of de gezondheid van het dier te verbeteren en
- die aanwezig zijn in de dierlijke producten (vlees, melk of ei) en die schadelijk kunnen zijn bij menselijke consumptie en
- waarvoor als gevolg daarvan een wachttijd is vastgesteld.

4. De van toepassing zijnde wettelijke voorschriften voor het gebruik van de toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen moeten worden nageleefd, met inbegrip van dosering en etikettering. Wanneer wetgeving vereist dat men zich aan andere limieten houdt, dan dienen ook deze voorschriften worden nageleefd.

Toelichting

N.B. De GMP+ voorwaarden zijn voornamelijk gebaseerd op EU wetgeving. Echter, dit betekent – bijvoorbeeld – niet dat een bedrijf dat zich buiten Europa bevindt, geen toestemming heeft om een toevoegingsmiddel te produceren of te verwerken dat niet goedgekeurd is in de EU. Een dergelijk toevoegingsmiddel mag worden geproduceerd of verwerkt onder GMP+ voorwaarden en het systeem dat waarborgt dat deze productie GMP+ gecertificeerd kan plaatsvinden. Echter, een dergelijk toevoegingsmiddel kan niet worden gebruikt als toevoegingsmiddel in diervoeder voor de EU markt. Een GMP+ certificaat is geen licentie voor het exporteren naar Europa.

3 Limieten voor kritische residuen

De tabel hieronder toont de beperkingen voor kritische residuen van een aantal toevoegingsmiddelen / diergeneesmiddelen.

Toevoegingsmiddelen	Producten die bedoeld zijn als diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %
Lasalocide A-natrium	Voedermiddelen	1,25
	Mengvoeders voor:	
	- honden, kalveren, konijnen, paardachtigen, melkvee, legpluimvee, kalkoenen (ouder dan 16 weken) en opfokleghennen (ouder dan 16 weken)	1,25
	- mestkippen, opfokleghennen (tot 16 weken) en kalkoenen (tot 16 weken) gedurende de periode voorafgaande aan de slacht waarin het gebruik van lasalocide A-natrium verboden is (eindvoeders)	1,25
	- fazanten, parelhoenders, kwartels en patrijzen (met uitzondering van legvogels) voor de periode vóór de slacht, waarin het gebruik van lasalocid A natrium verboden is (eindvoeders)	1,25
	- andere diersoorten	3,75
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van lasalocide A-natrium niet toegestaan is	(¹)
Narasin	Voedermiddelen	0,7
	Mengvoeders voor:	
	- kalkoenen, konijnen, paardachtigen, legpluimvee en opfokleghennen (ouder dan 16 weken)	0,7
	- andere diersoorten	2,1
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van narasin niet toegestaan is.	(¹)
Salinomycine-natrium	Voedermiddelen	0,7
	Mengvoeders voor:	0,7
	- paardachtigen, kalkoenen, legpluimvee en opfokleghennen (ouder dan 12 weken)	
	- mestkippen, opfokleghennen (tot 12 weken) en mestkonijnen gedurende de periode voorafgaande aan de slacht waarin het gebruik van salinomycine-natrium verboden is (eindvoeders)	0,7
	- andere diersoorten	2,1
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van salinomycine-natrium niet toegestaan is.	(¹)
Monensin-natrium	Voedermiddelen	1,25

Toevoegingsmiddelen	Producten die bedoeld zijn als diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %
	Mengvoeders voor:	
	- paardachtigen, honden, kleine herkauwers (schapen en geiten), eenden, runderen, melkvee, legpluimvee, opfoklegghennen (ouder dan 16 weken) en kalkoenen (ouder dan 16 weken)	1,25
	- mestkippen, opfoklegghennen (tot 16 weken) en kalkoenen (tot 16 weken) gedurende de periode voorafgaande aan de slacht waarin het gebruik van monensin-natrium verboden is (eindvoeders)	1,25
	- andere diersoorten	3,75
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van monensin-natrium niet toegestaan is.	(1)
Semduramicine-natrium	Voedermiddelen	0,25
	Mengvoeders voor:	
	- legpluimvee en opfoklegghennen (ouder dan 16 weken)	0,25
	- mestkippen gedurende de periode voorafgaande aan de slacht waarin het gebruik van semduramicine-natrium verboden is (eindvoeders)	0,25
	- andere diersoorten	0,75
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van semduramicine-natrium niet toegestaan is.	(1)
Maduramicine-ammonium Alfa	Voedermiddelen	0,05
	Mengvoeders voor:	
	- paardachtigen, konijnen, kalkoenen (ouder dan 16 weken), legpluimvee en opfoklegghennen (ouder dan 16 weken)	0,05
	- mestkippen en kalkoenen (tot 16 weken) gedurende de periode voorafgaande aan de slacht waarin het gebruik van maduramicine-ammonium alfa verboden is (eindvoeders)	0,05
	- andere diersoorten	0,15
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van maduramicine-ammonium alfa niet toegestaan is.	(1)
Robenidine-hydrochloride	Voedermiddelen	0,7
	Mengvoeders voor:	
	- legpluimvee en opfoklegghennen (ouder dan 16 weken)	0,7
	- mestkippen, mestkonijnen, fokkonijnen en kalkoenen gedurende de periode voorafgaande aan de slacht waarin het gebruik van robenidine-hydrochloride verboden is (eindvoeders)	0,7
	- andere diersoorten	2,1

Toevoegingsmiddelen	Producten die bedoeld zijn als diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van robenidine-hydrochloride niet toegestaan is.	(¹)
Decoquinaat	Voedermiddelen	0,4
	Mengvoeders voor:	
	- legpluimvee en opfokleghennen (ouder dan 16 weken)	0,4
	- mestkippen gedurende de periode voorafgaande aan de slacht waarin het gebruik van decoquinaat verboden is (eindvoeders)	0,4
	- andere diersoorten	1,2
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van decoquinaat niet toegestaan is.	(¹)
Halofuginonehydrobromide	Voedermiddelen	0,03
	Mengvoeders voor:	
	- legpluimvee, opfokleghennen en kalkoenen (ouder dan 12 weken)	0,03
	- mestkippen en kalkoenen (tot 12 weken) gedurende de periode voorafgaande aan de slacht waarin het gebruik van halofuginonehydrobromide verboden is (eindvoeders)	0,03
	- andere diersoorten	0,09
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van halofuginonehydrobromide niet toegestaan is.	(¹)
Nicarbazine	Voedermiddelen	1,25
	Mengvoeders voor:	
	- paardachtigen, legpluimvee en opfokleghennen (ouder dan 16 weken)	1,25
	- andere diersoorten	3,75
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van nicarbazine (in combinatie met narasin) niet toegestaan is.	(¹)
Diclazuril	Voedermiddelen	0,01
	Mengvoeders voor	
	- legpluimvee, opfokleghennen (ouder dan 16 weken)	0,01
	- mestkonijnen en fokkonijnen gedurende de periode voorafgaande aan de slacht waarin het gebruik van diclazuril verboden is (eindvoeders).	0,01
	- andere diersoorten dan opfokleghennen (tot 16 weken), mestkippen, parelhoenders en mestkalkoenen.	0,03
	Voormengsels voor gebruik in diervoeders waarin het gebruik van diclazuril niet toegestaan is.	(¹)

Toevoegingsmiddelen	Producten die bedoeld zijn als diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %
	N.B.: <ul style="list-style-type: none"> • Mestkippen: diervoeder dat vanaf 5 dagen voor de slacht aan deze kippen wordt gegeven • Mestkalkoenen: diervoeder dat vanaf 5 dagen voor de slacht aan deze kalkoenen wordt gegeven • Varkens: diervoeder dat vanaf 28 dagen voor de slacht aan varkens wordt gegeven 	
Voor overige coccidiostatica	Voor alle diervoeder	1% van de maximale inhoud die in diervoeder vermengd mag worden.
Diergeneesmiddelen	Producten die bedoeld zijn als diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %
Sulfadiazine-natrium	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> - Leghennen - Vleeskuikens en Vleeskalkoenen - Vleesvarkens - Melkvee 	5 8 1 1
Sulfamethoxazol	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> - Leghennen - Vleeskuikens en Vleeskalkoenen - Vleesvarkens - Melkvee 	5 8 1 1
Doxycycline	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> - Leghennen - Vleeskuikens en Vleeskalkoenen - Vleesvarkens - Melkvee 	8 8 10 1 batch ²
Oxytetracycline	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> - Leghennen - Vleeskuikens en Vleeskalkoenen - Vleesvarkens - Melkvee 	1 10 10 1 batch ²
Ivermectine	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> - Leghennen - Vleeskuikens en Vleeskalkoenen - Vleesvarkens - Melkvee 	0,1 0,1 0,1 1 batch ²
Tiamuline	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> - Leghennen - Vleeskuikens en Vleeskalkoenen - Vleesvarkens - Melkvee 	1 8 10 1 batch ²

Diergeneesmiddelen	Producten die bedoeld zijn als diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %
Tilmicosine	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> - Leghennen - Vleeskuikens en Vleeskalkoenen - Vleesvarkens - Melkvee 	1 4 10 1 batch ²
Trimethoprim	Mengvoeder voor: <ul style="list-style-type: none"> - Leghennen - Vleeskuikens en Vleeskalkoenen - Vleesvarkens - Melkvee 	Gekoppeld aan Sulfa-diazine en daarmee voldoende gebord
Overige diervoeder additieven / diergeneesmiddelen	Producten die bedoeld zijn als diervoeder	Maximumgehalte in mg/kg (ppm) herleid tot een diervoeder met een vochtgehalte van 12 %
Overige stoffen waarvoor een wachttijd is vastgesteld ³	Alle overige diervoeder voor dieren die dierlijke producten produceren, zoals <ul style="list-style-type: none"> • Leghennen • Melkproducerende koeien, geiten, schapen, etc. • Slachtkippen en vleeskalkoenen (diervoeder 5 dagen voor de slacht gevoederd) • Varkens (diervoeder 28 dagen voor de slacht gevoederd) 	1

- (1) De max. residunormen voor voormengsels bedragen max. 50% van aangegeven residunormen voor diervoeders, berekend op diervoederbasis.
- (2) Melkveevoeders mogen niet direct nadat voeders met deze toevoegings- en diergeneesmiddelen zijn bereid, op dezelfde productielijnen worden geproduceerd.
- (3) Voorbeelden: Flubendazol, Carbadox, Olaquinox.

4 Aanvullende voorwaarden voor de beheersing van residuen

4.1 Algemeen / installatie

Een bedrijf kan diverse beheersmaatregelen toepassen om te garanderen dat de residuen van kritische toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen de limieten zoals uiteengezet in de tabel in Hoofdstuk 3 niet overschrijden.

Toelichting

Denk aan:

- *Het niet gebruiken van een toevoegingsmiddel of diergeneesmiddel met een residulimiet.*
- *Scheiding tussen locaties waar toevoegingsmiddelen / diergeneesmiddelen worden gebruikt en waar niet.*
- *Scheiding tussen productieapparatuur en interne transportvoorzieningen (met en zonder kritische toevoegingsmiddelen / diergeneesmiddelen) binnen een locatie.*
- *Het kiezen van minder kritische toevoegingsmiddelen of diergeneesmiddelen.*
- *Transport van de eerste 50-100 kg geproduceerd diervoeder (na gemedicineerde diervoeders) naar een retourcel.*
- *Het gebruiken van specifieke apparatuur (intern transport, mixer, filter).*
- *Goed 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 productievolvergord/spoelen. Zie hiervoor Hoofdstuk 4.2.*

In alle GMP+ standaarden is uiteengezet dat beheersingsmaatregelen moeten worden gevalideerd en dat hun effectiviteit regelmatig gecontroleerd moet worden ('HACCP-beginselen'). Dit geldt ook voor de beheersingsmaatregelen voor de beheersing van residuen van diergeneesmiddelen/toevoegingsmiddelen.

Bij het toepassen van een specifieke productievolvergord voor de beheersing van de residulimieten, is specifieke validatie & verificatie noodzakelijk. Zie hiervoor hoofdstuk 4.2.4.

Toelichting

Validatie: dient te worden toegepast in overeenstemming met de gemeenschappelijke HACCP-beginselen. Het bedrijf dient er zeker van te zijn dat toepassing van een bepaalde beheersingsmaatregel leidt tot het verwachte resultaat (=geen residu of 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

Verificatie: Van tijd tot tijd dient gecontroleerd te worden of de toegepaste beheersingsmaatregelen nog altijd leidt tot het verwachte resultaat (=geen residu of binnen de limieten)

4.2 Beheersing van residuen via productievolgorde

4.2.1 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 diervoeders of diervoeder met een coccidiostat wordt geproduceerd, dan moet het gegarandeerd zijn 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 dient het na afloop met grote zorg gebruikt of verwerkt worden. Een risicoanalyse dient het juiste gebruik van dit voedermiddel te onderbouwen. Dit voedermiddel kan gebruikt worden in een diervoeder met dezelfde coccidiostat of hetzelfde antibioticum. Het kan ook afgevoerd worden als afval.

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

N.B.:

Het maximum niveau 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 maximumniveaus zoals bepaald voor het diervoeder wanneer de instructies voor het gebruik van het voormengsel worden opgevolgd.

Toelichting

Bijvoorbeeld: Max. residulimiet van een toevoegingsmiddel voor diervoeder is 1 ppm. Voormengsel mag maximaal 0.5 ppm bijdragen aan het diervoeder (50%). Wanneer voormengsel vermengd dient te 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 maximumlimieten die niet overschreven mogen worden. Zie hiervoor GMP+ BA1. Zorg ervoor dat deze limieten niet worden overschreden.

4.2.2 Verslepiingspercentage van installatie

4.2.2.1 Algemeen

Een testprocedure – uiteengezet in Hoofdstuk 5 van deze bijlage – dient te worden gebruikt voor het meten van het verslepiingspercentage van een installatie. Alle productie-, verwerking-, en transportlijnen in een fabriek die kunnen bijdragen aan de versleping, dienen te worden getest. Voor meer details, zie Hoofdstuk 5.

4.2.2.2 *Frequentie*

De minimale frequentie van het meten van de versleping in productie- en transportlijnen is afhankelijk van het (diervoeder en voormengsel met) toevoegingsmiddel en diergeneesmiddel dat wordt gebruikt en of er diervoeder wordt verwerkt waarvoor een residulimiet is vastgesteld.

Indien de deelnemer producten (of voer met deze producten) verwerkt of transporteert waarvoor een specifiek residuniveau is vastgesteld in de tabel in hoofdstuk 3, dan dient het verslepingpercentage bekend te zijn voor de lijnen waarop deze producten verwerkt, geproduceerd of getransporteerd worden. Indien de deelnemer dergelijke productielijnen heeft, dient hij ten minste eens per twee jaar de versleping meten.

Bij het verwerken of transporteren van een ander product, dat kan leiden tot residu in dierlijke producten, dient de deelnemer de versleping ten minste eenmaal te meten.

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

4.2.3 Veiligheidsfactor

De daadwerkelijke verwerkingseigenschappen van een kritisch toevoegingsmiddel of diergeneesmiddel kan afwijken van de tracers die gebruikt zijn tijdens het meten van het verslepingpercentage, met behulp van één van de methoden die uiteen zijn gezet in Hoofdstuk 5.

Om nog beter te kunnen garanderen dat de daadwerkelijke residuniveaus de berekende (verwachte) residuniveaus niet overschrijden, kan een bedrijf een zogeheten veiligheidsfactor toepassen in de berekening van de productievolgorde. Wanneer de veiligheidsfactor wordt toegepast in de berekening, dan mag een bedrijf de verificatiefrequentie verlagen. Zie hiervoor hoofdstuk 4.2.4.

De standaard veiligheidsfactor die gebruikt dient te worden is "3". Echter, in de tabellen in Hoofdstuk 4.2.5, zijn andere veiligheidsfactoren vastgesteld voor een aantal kritische toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen.

Toelichting

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

4.2.4 Validatie en periodieke verificatie ('monitoring')

4.2.4.1 Validatie

Iedere berekende productievolgorde dient op juiste wijze gevalideerd te worden om de effectiviteit aan te tonen m.b.t. de beheersing van de residuniveaus. Er dienen ten minste 2 monsters worden genomen en geanalyseerd.

Wanneer de mate van versleping opnieuw gemeten is en de productievолgorde herberekend is, dient een nieuwe validatie te worden uitgevoerd.

4.2.4.2 Verificatie

Om de blijvende effectiviteit van de gebruikte productievолgorde aan te tonen, dient het bedrijf te monitoren door middel van analyse van de residuniveaus in relevante diervoeders:

- a) Bij geen gebruik van de veiligheidsfactor in de berekeningen van de productievолgorde: 4 monsters per jaar
- b) Bij gebruik van de veiligheidsfactor in de berekeningen van de productievолgorde: 2 monsters per jaar

Toelichting

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

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

Analyse dient te worden uitgevoerd door een laboratorium dat als zodanig is goedgekeurd (Zie hiervoor GMP+ BA10). De detectielimiet van de gebruikte methode dient geschikt te zijn om te besluiten of het gebruikte systeem van productievолgorde voldoende is.

4.2.5 Aanvullende informatie omtrent veiligheidsfactor
Tabel 1: Aanvullende informatie over de veiligheidsfactor voor bepaalde coc-cidiostatica en histomonostatica, die zijn getest met behulp van de zogeheten wandadhesietest.

Naam	Producent	Veiligheidsfactor	
		Varkens	Overig
Mengsel van Narasin en Nicarbazine			
Maxiban G 160 premix	Eli Lilly	3	1
Lasalocide-natrium			
Avatec 15% CC	Roche	1	1
Robenidine-hydrochloride			
Cycostat 66G	Roche	1	1
Monensin-natrium			
Elancoban G200 premix	Eli Lilly	1	1
Coxidin (5 1 701)	Huvepharma	1	1
Narasin			
Monteban G100 premix	Eli Lilly	1	1
Halofuginone-hydrobromine			
Stenorol	Huvepharma	1	1
Diclazuril			
Clinacox 0,5 % Premix	Janssen Pharmaceutica nv	2	2
Salinomycine-natrium			
Sacox 120 microGranulate	Huvepharma	1	1
Kokcisan 12%	KRKA	1	1

Tabel 2: Aanvullende informatie over de veiligheidsfactor voor bepaalde voormengsels met medicinale werking, die zijn getest met behulp van de zogeheten wandadhesietest.

Naam	Producent/importeur	Veiligheidsfactor	
		Varkens	Overig
Doxycyclinehydraat/broomhexine hydrochloride			
Feedmix Doxy-B	Dopharma Research B.V.	2,5	2,5
Pulmodox 5% Premix	Virbac Laboratories	2,5	2,5
Doxyprex	Industrial Veterinaria S. A.	2,5	2,5
Sulfadiazinenatrium/Trimethoprim			
Feedmix Trim/sul 80/420	Aesculaap BV	3	3
Trimethosulf premix	Eurovet Animal Health B.V.	3	2
Feedmix sulfatrim	Dopharma Research B.V.	3	3
Sulfamethoxazol/Trimethoprim			
Feedmix TS	Dopharma Research B.V.	3	3
Vetmulin 10% premix voor gemedicineerd voeder	Huvepharma N.V.	1	1

Naam	Producent/importeur	Veiligheidsfactor	
		Varkens	Overig
Tilmicosinefosfaat			
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
Tylosinefosfaat			
Pharmasin 20 mg/g premix	Huvepharma N.V.	1	1
Pharmasin 100mg/g premix voor geneesmiddelen voeder voor varkens, slachtkuikens en opfokleghennen	Huvepharma N.V.	1	1
Pharmasin 250mg/g premix voor geneesmiddelen voeder voor varkens, slachtkuikens en opfokleghennen	Huvepharma N.V.	1	1
Flubendazol (verschillende mengsels)		3	3
Ivermectine (verschillende mengsels)		3	3

5 METHODEN VOOR METING VAN VERSLEPING

5.1 Inleiding

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

De rapportage van het verslepingsonderzoek dient aan nadere voorwaarden te voldoen. Zie hiervoor de beschrijving van de methoden (zie hoofdstuk 2, paragraaf: Rapportage onderzoek).

N.B. In afwachting van de herziening van de verslepingmethoden wordt toegestaan dat bedrijven afwijken van de vastgelegde methode, mits het principe van de meting niet wordt aangetast en er 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.

5.2 Algemene uitgangspunten met betrekking tot het meten van versleping

Bij het meten van de versleping van toevoegingsmiddelen in een installatie, dient er eerst onderzoek worden gepleegd met behulp van een blokdiagram (een grafische weergave van bijv. een 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 blokdiagram kan worden nagegaan of er redenen bestaan om te veronderstellen dat hier versleping plaatsvindt. Kritische punten zijn gemeenschappelijke transportsystemen, schuiven, afscheidingssystemen en filters.

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

Bij een pneumatische vulmethode, met aparte filters voor iedere silo, heeft 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 residuiveaus niet meer voorkomen.

2. **Doseer-, maal- en menglijn**

De grootste versleping van toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen treedt op in het traject van doseren (bijstorten toevoegingsmiddelen/ diergeneesmiddelen) / (eventueel malen) / mengen / transport en opslag van het product in meelvorm in een gereedproductcel of een persmeelcel.

De plaats van toevoegen van voormengsels dient zo dicht mogelijk bij de menger te liggen. Belangrijk is dat de meetstof op dezelfde plaats wordt gestort, 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. Belading en transport

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

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 ge-mediceerd voeder mag niet herverwerkt worden.

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

1. het opstellen van een verplichte productie(werk)volgorde;
2. aanvullende maatregelen bij productwisseling;
3. het produceren van voeders met kritische toevoegings- en diergeneesmiddelen op een andere lijn;
4. het overschakelen op minder kritische middelen.

Meetpunten voor versleping

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

Na de menger, doch zo dicht mogelijk bij de menger voor het meten van de uitganggehalten van het mengsel:

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

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

Mogelijke meetstoffen

Om tot betrouwbare uitspraken te komen is het belangrijk een meetstof te kiezen die ook op lage niveaus goed analyseerbaar is. De volgende meetstoffen zijn toegelaten. Tevens is aangegeven tot welke nauwkeurigheid deze middelen gebruikt kunnen worden om de versleping van een installatie vast te stellen.

Methode	Hoofdstuk	Ondergrens ¹ voor nauwkeurigheid van verslepingsonderzoek in % (voor mengvoederbereiding ¹)
Cobaltchloride 100 ppm	5.4	1
Cobaltsulfaat		
- 100 ppm	5.4.1	1
- 50 ppm	4.2.1	3
- 25 ppm	4.2.2	5
Eiwit/mangaan	5.5	Zie de tabel in 5.5
FSS-Lake 100 ppm	5.7	1
F-Lake 100 ppm	5.7	1
FSS-Lake 10 ppm	5.7	1
RF-microtracer (d.m.v. weging)	5.8	1
Methylviolet	5.9	1

¹⁾ In Hoofdstuk 5.6 staat een methode om de versleping van de productie-installatie voor voormengsels en toevoegingsmiddelen te meten.

Rapportage onderzoek

Een goede verslaggeving van het onderzoek is van belang om de resultaten eenduidig te kunnen toepassen bij het vaststellen van maatregelen en 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 dienen derhalve minimaal te worden vastgelegd.

1. datum
2. wie verantwoordelijk is voor het verslepingsonderzoek
3. beschrijving van de toegepaste methode
4. een schema van de installatie met aanduiding van:
 - a. maalmeng- en perslijn waarop het onderzoek is uitgevoerd
 - b. plaats waar de meetstof is toegevoegd
 - c. bemonsteringspunten
5. aantal en grootte monsters
6. tijdsinterval van bemonstering
7. analyseresultaten
8. adequate berekening van de versleping
9. eventuele monstervoorbehandeling als malen, homogeniseren, splitsen en/of samenvoegen

¹ De ondergrens van versleping is het verslepiingspercentage waarover met de toegepaste methode nog een betrouwbare uitspraak kan worden gedaan. Indien het verslepiingspercentage lager is dan dient minimaal het hier vermelde verslepiingspercentage gebruikt te worden.

Nieuwe meetstoffen

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

- a. NAW gegevens indiener en onderzoeksinstelling
- b. Motivatie/probleemstelling
- c. Karakteristieken ten aanzien van de/het
 1. Te gebruiken diervoederinstallatie (o.a. menger/persinstallatie/ koeler)
 2. De referentie meetstoffen en de te onderzoeken meetstoffen
 3. Monsternameplan m.b.t. te nemen monsters in de verschillende spoelbatches
 4. Monstervoorbereiding in het laboratorium
 5. Te gebruiken Analysemethoden
 6. Te gebruiken Statistische methoden
- d. Analyseresultaten
- e. Statistische verwerking van de analyse resultaten
- f. Conclusies
- g. Referenties

Het rapport voor de beoordeling door een deskundigen panel wordt ingeleverd bij het GMP+ International.

5.3 Toetsingsprocedure procesnauwkeurigheid met kobalt (Referentiemethode)

1. TOEPASSINGSGEBIED

Deze toetsingsprocedure/-methode voor het vaststellen van de uniformiteit van meel en korrels kan worden toegepast op in mengvoederbedrijven gangbare voermengsels en mengsels van gemalen mengvoedergrondstoffen.

De methode kan tevens worden toegepast voor het verkrijgen van een indicatie van de versleping, die optreedt in mengvoedergrondstoffen.

2. DEFINITIES

Productinstallatie: Onder een productinstallatie wordt verstaan een installatie die geschikt is voor de bereiding van mengvoerders.

Kobaltmengsel: Onder het kobaltmengsel wordt verstaan een mengsel van tarwegries en kobaltchloridehexahydraat in zodanige verhoudingen dat het kobaltgehalte in het kobaltmengsel tenminste 5% en maximaal 6% bedraagt en dat bereid is volgens het daarvoor geldende standaardwerkvoorschrift zoals opgenomen in § 17 van deze toetsingsprocedure.

3. PRINCIPE

De toetsingsprocedure voor het vaststellen van de mate van uniformiteit van meelmengsels bij de bereiding van mengvoerders maakt gebruik van een kobaltmengsel dat, wat betreft zijn eigenschappen, gangbare toevoegingsmiddelen aan mengvoerders kan vervangen.

De toetsingsprocedure omvat de verwerking van drie charges van een zelfde voedermengsel. De eerste charge spoelt de productie-installatie en dient om het "natuurlijke" kobaltgehalte in het betreffende voer vast te stellen. Aan de tweede charge wordt het kobaltmengsel (zie paragraaf 2) toegevoegd. Het kobaltgehalte van monsters meel en korrels uit de tweede charge voer wordt bepaald. De derde productiecharge bestaat uit het blanco voer zonder het kobaltmengsel. In meel- en korrelmonsters uit deze charge wordt eveneens het kobaltgehalte bepaald. Dit gehalte geeft een beeld van de versleping die in de productie-installatie optreedt.

Het kobaltgehalte in de getrokken monsters wordt bepaald met behulp van atomaire absorptiespectrometrie (AAS) na hittedestructie van het analysemonster bij 550 graden Celcius.

4. APPARATUUR EN HULPMIDDELEN

Voor de uitvoering van de toetsingsprocedure zijn nodig:

- a. 110 kunststof potten met deksel, met een inhoud van 500 ml, voor het bewaren van monsters meel en korrels;
- b. een kunststof schep voor het nemen van de monsters.

Het genoemde aantal potten is nodig indien op één punt in de productie-installatie monsters meel en op één punt monsters korrels worden getrokken. Voor ieder volgend monsternamepunt zijn 48 potten van 500 ml extra nodig.

Men moet beschikken over een laboratorium dat in staat is kobaltbepalingen met behulp van atomaire absorptiespectrometrie uit te voeren.

Met dit laboratorium dienen tijdig afspraken te worden gemaakt, zodat de analyses snel na de monsternamen kunnen worden uitgevoerd.

5. BENODIGDE BEDRIJFSGEGEVENS

Bij het mengvoederbedrijf, waar de toetsingsprocedure zal worden uitgevoerd, wordt van tevoren opgevraagd:

- a. een blokschema van de productie-installatie, waarin tijdens de uitvoering zelf kan worden aangegeven waar het kobaltmengsel is toegevoegd en waar monsters zijn getrokken.

Tijdens de uitvoering van de toetsingsprocedure worden opgevraagd:

- b. de computerprinten, of kopieën hiervan, waaruit moeten zijn af te lezen:
 1. de samenstelling van het voedermengsel;
 2. het door de computer gevraagde chargegewicht, en
 3. het werkelijke chargegewicht;

of indien er geen automatisering aanwezig is:

1. de samenstelling van het voedermengsel;
2. het berekende chargegewicht door optelling van de per component afgevoegen hoeveelheden;
3. de aflezing van het werkelijke chargegewicht.

Om het chargegewicht voor de menger en voor de korrelpers te kunnen berekenen, worden opgevraagd:

- c. waar en hoeveel melasse, vinasse en andere vloeibare ingrediënten aan de hoofdstroom van het voer worden toegevoegd, en
- d. waar en hoeveel vetten etc. aan de voerstream worden toegevoegd. De opgevraagde toevoegingspunten worden in het blokschema aangegeven.

6. TOEVOEGEN VAN HET KOBALTMENGSEL

Aan de tweede charge mengvoeder wordt een kobaltmengsel (zie paragraaf 2) toegevoegd met een nominaal kobaltgehalte van tenminste 5% en maximaal 6%.

De plaats waar het kobaltmengsel wordt toegevoegd is afhankelijk van het te meten verslepingstraject (zie 7.1). De gekozen plaats van toevoeging en van monsternamen(s) dienen in het blokschema van de productinstallatie te worden aangegeven.

Voeg zoveel van het kobaltmengsel toe als overeenkomt met een dosering van 2,0 kg per ton mengvoeder. Uitgegaan mag worden van het door de procescomputer gevraagde chargegewicht.

7. TREKKEN EN BEHANDELEN VAN MONSTERS

7.1 Bedrijfsmonsters

7.1.1 Trekken van de monsters

Tijdens de uitvoering van de toetsingsprocedure in een mengvoederbedrijf worden op de van tevoren bepaalde plaatsen monsters getrokken:

- a. na de menger, doch zo dicht mogelijk bij de menger (zie 13.1);
- b. uit de inloop van de gereed product silo in geval meelproductie of persmeelsilo;
- c. uit de inloop van de gereed product silo in geval korrelproductie;
- d. een ander gewenst eindpunt voor het vaststellen van een relevant verslepingstraject

Indien op de gewenste plaatsen de meel- of korrelstroom niet bereikbaar is, dienen in overleg met het bedrijf hiertoe geschikte openingen te worden gemaakt.

Meelproductie

Uit de eerste charge worden uitsluitend monsters meel direct na de menger getrokken en wel 10 monsters voor de kobaltbepaling en nog eens 4 monsters voor een vochtbepaling.

Uit de tweede charge worden 20 monsters meel (direct na de menger) en 20 monsters meel van 500 ml (uit de inloop van de gereedproductsilo) en 4 monsters meel (inloop gereedproductcel) voor een vochtbepaling.

Uit de derde charge voer worden 20 monsters meel (direct na de menger) en 20 monsters korrels van 500 ml (uit de inloop gereedproductcel) getrokken voor de kobaltbepaling en nog eens 4 monsters meel (na de menger) en 4 monsters korrels (inloop gereed productcel) voor een vochtbepaling.

Korrelproductie

Uit de eerste charge worden uitsluitend monsters meel direct na de menger getrokken en wel 10 monsters voor de kobaltbepaling en nog eens 4 monsters voor een vochtbepaling.

Uit de tweede charge worden 20 monsters meel (direct na de menger) en 20 monsters korrels (inloop gereedproductcel) van 500 ml getrokken voor de kobaltbepaling en nog eens 4 monsters meel (direct na de menger) en 4 monsters korrels (inloop gereedproductcel) voor een vochtbepaling.

Uit de derde charge voer worden 20 monsters meel (direct na de menger) en 20 monsters korrels (uit de inloop gereedproductcel) van 500 ml getrokken voor de kobaltbepaling en nog eens 4 monsters meel (direct na de menger) en 4 monsters korrels (uit de gereedproductcel) voor een vochtbepaling.

Indien men een uitsplitsing van de versleping wil maken in de doseer-/maal-/menglijn enerzijds en de perslijn anderzijds dient men bij de tweede en derde charge ook 20 monsters meel voor de kobaltbepaling en 4 monsters meel voor de vochtbepaling te trekken bij de inloop van de persmeelsilo. De werkwijze is identiek aan de methode voor meelproductie.

Monsterpotten

Alle monsterpotten worden voor het begin van de productie van de eerste charge voer voorzien van de monstercode. Zodra de meel- en/of korrelstroom van de te onderzoeken charge begint door te lopen, worden – zo goed mogelijk verdeeld over de loopduur van de charge – 20 monsters meel en 20 monsters korrels van 500 ml getrokken. De monsterpotten moeten tot de rand worden gevuld om ontmenging (bij meelmonsters) zoveel mogelijk te voorkomen.

N. B.: Het is zeer belangrijk dat de monsters zo goed mogelijk verdeeld over de loopduur van de charge worden getrokken, in verband met de representativiteit van de monsters voor de charge als geheel.

7.1.2 Monsterbehandeling

Ieder meel- en korrelmonster wordt gemalen in een hiervoor geschikte molen. Het maassel moet voor 90% een zeef van 1,00 mm passeren en voor 50% een zeef van 0,50 mm. Gebruik zeven met ronde gaten. Maal de monsters niet fijner dan nodig is om warmteontwikkeling in de molen zoveel mogelijk te voorkomen.

Maal eerst de meel- en korrelmonsters uit de eerste charge, vervolgens die uit de derde charge (verslepiingscharge) en tenslotte uit de tweede charge voer. Zo worden de monsters in volgorde van opklimmend kobaltgehalte gemalen.

Reinig de molen na ieder monster met behulp van perslucht.

Reinig de molen na iedere groep van 24 monsters zowel met behulp van perslucht als, na demontage van daarvoor in aanmerking komende onderdelen, door schoonborstelen met een niet te zachte kwast. In de molen mag geen versleping van materiaal van de voorgaande groep monsters naar de volgende optreden.

Homogeniseer ieder maassel zo goed mogelijk en breng het vervolgens terug in de oorspronkelijke pot.

7.1.3 Bewaren van bedrijfsmonsters

Bedrijfsmonsters die niet binnen een week na trekking worden onderzocht, dienen in een gekoelde ruimte te worden opgeslagen bij een temperatuur van 35 graden Celcius.

7.2 Analyse monsters

Te onderzoeken monsters die in een gekoelde ruimte zijn opgeslagen, dienen tenminste 16 uur voor aanvang van het onderzoek te worden overgebracht naar de plaats waar het onderzoek zal plaats vinden. De monsterverpakking mag in deze periode niet worden geopend (zie paragraaf 13.2). Handel na het verstrijken van de genoemde periode als onderstaand aangegeven.

Homogeniseer het te onderzoeken mengsel in de monsterpot zo goed mogelijk door roeren met een lepel of spatel.

Neem uit het bedrijfsmonster 2 analysemonsters van de gewenste grootte. Voer aan beide analysemonsters de kobaltbepaling uit.

8. BEPALING VAN HET VOCHTGEHALTE

Uit het ten behoeve van een vochtbepaling getrokken bedrijfsmonster worden steeds twee analysemonsters getrokken.

9. BEPALING VAN HET KOBALTGEHALTE

9.1 Principe van de kobaltbepaling

De bepaling van het kobaltgehalte geschiedt met behulp van atomaire absorptiespectrometrie (AAS) na hittedestructie van het analysemonster, gemeten door een filter van 240,7 nanometer na injectie van deze oplossing in de vlam van het apparaat.

Oet behulp van vooraf gemaakte oplossingen met een nauwkeurig bekend kobaltgehalte wordt een ijkgrafiek gemaakt. De aan de analysemonsters gemeten extincties worden hiermee omgerekend tot kobaltgehalten. De kobaltgehalten worden uitgedrukt in parts per million (ppm).

De aan de analysemonsters toegewezen kobaltgehalten worden gecorrigeerd voor het "natuurlijke" kobaltgehalte, bepaald in de monsters meel uit de eerste productiecharge.

9.2 Standaardmonsters

In het werkvoorschrift voor de uitvoering van de kobaltbepaling met behulp van atomaire absorptiespectrometrie is voorzien in het meenemen van standaardmonsters met een bekend kobaltgehalte in iedere serie analysemonsters. Deze standaardmonsters dienen ter controle van het gemeten kobaltgehalte.

9.3 Afwijkende uitkomsten

Indien het kobaltgehalte tussen twee analysemonsters uit hetzelfde bedrijfsmonster meer dan 5% van het gemiddelde van de gemeten waarden verschillen, dienen twee nieuwe analysemonsters uit het bedrijfsmonster te worden getrokken en te worden onderzocht (zie paragraaf 13.3).

10. BEWERKING VAN DE UITKOMSTEN

10.1 Afwijkende uitkomsten

De uitkomsten van de kobaltbepalingen in het mengvoeder van de drie productiecharges worden beoordeeld op afwijkingen, voor zover dit bedrijfsmonsters betreffen, waarin meer dan twee bepalingen zijn gedaan. In zo'n geval kiest men uit de beschikbare uitkomsten voor hetzelfde bedrijfsmonster de twee uitkomsten met het kleinste onderlinge verschil. Deze twee uitkomsten worden in de berekeningen verder meegenomen. Op deze wijze wordt voorkomen dat een variantieanalyse met ongelijke aantallen vrijheidsgraden moet worden uitgevoerd.

Na de toevoeging van het kobaltmengsel aan het voer bij de tweede charge zal het kobaltgehalte in de eerste getrokken monsters lager zijn dan in de daaropvolgende monsters [2]. Dit wordt veroorzaakt door enige mate van versleping van blanco voer uit de eerste naar de tweede charge voer.

Dit mag bij het vaststellen van uniformiteit van het voer uit de tweede charge niet worden verwaarloosd. Hoewel statistisch niet geheel exact, worden daarom de kobaltgehalten van de monsters uit de tweede charge niet beoordeeld op een afwijkend, gemiddeld niveau van de uitkomsten, maar worden ze alle gebruikt voor het berekenen van de variatiecoëfficiënt van de uniformiteit. Wel blijft het gestelde in de eerste alinea van deze paragraaf van toepassing. Het feit dat de verdeling van de gemiddelde uitkomsten voor de twintig bedrijfsmonsters niet "normaal" is, doch enigszins scheef, wordt genegeerd.

Bij de monsters van de derde charge voer wordt een tegengesteld effect gevonden. Nu vertonen de eerste monsters een relatief hoog kobaltgehalte als gevolg van versleping van kobaltbevattend voer uit de tweede naar de derde charge [2]. Gewoonlijk is de verdeling van de kobaltgehalten in de monsters van de derde charge aanzienlijk schever dan bij die van de tweede charge. Daarom worden de uitkomsten van de kobaltbepalingen in monsters van de derde charge niet op afwijkingen gecontroleerd. Tevens wordt afgezien van het berekenen van een variatiecoëfficiënt voor de uniformiteit en wordt volstaan met het maken van een grafiek van de gemiddelde kobaltgehalten per monster tegen het monsternummer. Voor zover de monsters goed representatief zijn voor de gehele charge d.w.z. goed verdeeld over de totale loopduur getrokken, kan de gemiddelde versleping van kobalt, hetzij absoluut, hetzij als percentage van het gehalte, in charge twee worden berekend.

10.2 Omrekening op droge stof

De gemeten kobaltgehalten gelden voor de analysemonsters, respectievelijk bedrijfsmonsters, met het bestaande vochtgehalte (productbasis). Om met de kobaltgehalten verder te kunnen werken dienen zij alle te worden betrokken op de droge stof.

Gebruik voor deze omrekening de volgende formule:

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

Hierin is:

- C = het kobaltgehalte op basis van droge stof in ppm;
 V = het vochtgehalte van de betrokken groep bedrijfsmonsters in %;
 C1 = het gemeten kobaltgehalte op productbasis in ppm.

De gemeten kobaltgehalten op droge stof worden verminderd met het "natuurlijke" kobaltgehalte op droge stof in het blanco voer uit de eerste charge. De zo gecorrigeerde kobaltgehalten op droge stof worden voor de verdere verwerking van de uitkomsten gebruikt.

10.3 De versleping

De versleping van de installatie volgens deze toetsingsprocedure per meetpunt wordt als volgt berekend.

Het gemiddelde kobaltgehalte op droge stof van de groep bedrijfsmonsters uit de derde charge, gedeeld door het gemiddelde kobaltgehalte op droge stof in de groep bedrijfsmonsters uit de tweede charge. Door dit getal te vermenigvuldigen met 100 wordt het gemiddelde percentage versleping berekend.

10.4 De variantie analyse

De gemeten, gecorrigeerde kobaltgehalten op basis van de droge stof van de monsters uit de tweede charge worden gebruikt als elementen in een variantieanalyse. De uitkomsten voor meel en voor korrels worden afzonderlijk geanalyseerd.

In deze variantieanalyse worden als bronnen van variatie onderscheiden:

- de verschillen tussen de herhalingen binnen de bedrijfsmonsters, en
- de verschillen tussen de monstergemiddelden van eenzelfde groep bedrijfsmonsters.

De variatieanalyse geeft als uitkomsten:

- a. de standaardafwijking tussen herhalingen (of binnen monsters);
- b. de standaardafwijking tussen monstergemiddelden (of tussen monsters);
- c. het gemiddelde kobaltgehalte per analysemonster;
- d. het gemiddelde kobaltgehalte per groep bedrijfsmonsters;
- e. het bij ieder van de standaardafwijkingen behorende aantal vrijheidsgraden.

De berekende standaardafwijkingen worden omgerekend tot variatiecoëfficiënten door de standaardafwijkingen met 100 te vermenigvuldigen en het product vervolgens te delen door het gemiddelde kobaltgehalte van de groep bedrijfsmonsters. De zo berekende variatiecoëfficiënt tussen monsters is een maat voor de op het meetpunt bereikte uniformiteit.

Deze omrekening is nodig omdat de standaardafwijking sterk afhangt van het kobaltniveau in de groepen van bedrijfsmonsters.

De rekenkundige uitvoering van de variantie analyse is gedetailleerd te vinden in vrijwel ieder handboek over wiskundige statistiek Zie bijvoorbeeld [1].

De kobaltgehalten van de analysemonsters van de derde charge worden grafisch uitgezet tegen het nummer van het monster. Deze kobaltgehalten lenen zich niet voor een variantie analyse omdat ze sterk kunnen fluctueren en meestal niet normaal verdeeld zijn. Het gemiddelde kobaltgehalte in de derde charge kan worden berekend als vermeld in paragraaf 10.3.

11. RAPPORTAGE

Van iedere groep bedrijfsmonsters voer worden gerapporteerd:

- a. het gemiddelde vochtgehalte van de groep bedrijfsmonsters (0,01%);
- b. het gemiddelde van de gecorrigeerde, gemeten kobaltgehalten op basis van droge stof van ieder van de analysemonsters (0,1 ppm bij kobaltniveaus hoger dan 10 ppm, en 0,01 ppm bij kobaltniveaus van 10 ppm of minder);
- c. het gemiddelde van de gecorrigeerde, gemeten kobaltgehalten van de bedrijfsmonsters per groep (0,1 ppm bij kobaltniveaus hoger dan 10 ppm en 0,01 ppm bij kobaltniveaus van 10 ppm of minder);
- d. de berekende versleping van de installatie volgens de toetsingsprocedure.

Via iedere groep bedrijfsmonsters uit de eerste en de tweede charge voer worden bovendien gerapporteerd:

- a. de standaardafwijkingen tussen herhalingen (0,0001 ppm);
- b. de standaardafwijking tussen monstergemiddelden (0,0001 ppm);
- c. de bij de standaardafwijkingen als onder 4. en 5. bedoeld behorende aantallen vrijheidsgraden;
- d. de variatiecoëfficiënt tussen herhalingen (0,01 %);
- e. de variatiecoëfficiënt tussen monstergemiddelden (0,01%).

12. BEOORDELING VAN DE UITKOMSTEN

12.1 Herhaalbaarheid van de kobaltbepaling

De variatiecoëfficiënt tussen herhalingen is een maat voor de herhaalbaarheid van de kobaltbepaling, inclusief de monsterbehandeling. De variatiecoëfficiënt tussen herhalingen bedraagt bij goed uitgevoerde bepalingen ongeveer 3 - 4% [2]. Is de variatiecoëfficiënt groter dan dient de uitvoering van de kobaltbepaling nader te worden onderzocht.

De herhaalbaarheid (r) is een factor 2,83 hoger en bedraagt dus globaal 8,5 - 11,3%. Dit betekent dat bij de uitvoering van een bepaling in tweevoud, door dezelfde analist met dezelfde apparatuur, in één op de 20 gevallen een verschil tussen beide uitkomsten wordt gevonden dat groter is dan de voor de herhaalbaarheid (r) gegeven waarde.

12.2 Uniformiteit van het materiaal

De variatiecoëfficiënt tussen monstergemiddelden is een maat voor de uniformiteit van het meelmengsel of de korrels, waaruit de bedrijfsmonsters zijn getrokken. Statistisch gezien is de groep bedrijfsmonsters inhomogeen indien de standaardafwijking tussen monstergemiddelden de standaardafwijking tussen herhalingen met meer dan een gegeven factor (F-toets) overschrijdt. Bij zeer klein uitvallende standaardafwijkingen tussen herhalingen leidt dit tot een niet-uniform mengsel, terwijl daar op technologische gronden (nog) geen reden toe is.

13. OPMERKINGEN

13.1 Eerste monsternamepunt

Na de dosering van de verschillende componenten is een voedermengsel niet uniform. Ook na de vermaling van de grondstoffen in de hamermolen is dit maar ten dele het geval. Vaak worden fijnere grondstoffen om de hamermolen heen geleid en rechtstreeks naar de menger gevoerd. In de menger mag men dan ook voor het eerst een uniform voedermengsel verwachten. Monstername direct uit de menger is moeilijk en kan gevaarlijk zijn en wordt sterk ontraden. Daarom dient het monsternamepunt na de menger te worden gebruikt. In de meeste bedrijven zal dit de uitstroom van de bunker onder de menger zijn.

13.2 Acclimatiseren van bedrijfsmonsters

Bedrijfsmonsters die niet op korte termijn kunnen worden onderzocht, behoren in een gekoelde ruimte te worden opgeslagen om bederf te voorkomen. Deze monsters moeten een ruime periode, voordat aan het onderzoek daadwerkelijk wordt begonnen, naar de ruimte worden gebracht waarin het onderzoek plaats zal vinden. Gedurende deze periode kan het bedrijfsmonster de temperatuur van het laboratorium aannemen. Deze werkwijze voorkomt dat monstermateriaal wordt blootgesteld aan condensatie van vocht uit de warmere lucht van het laboratorium. Een dergelijke condensatie maakt het onmogelijk om het juiste vochtgehalte van het monster vast te stellen. Door een inhomogene verdeling van het gecondenseerde vocht op het monstermateriaal zal tevens een grotere spreiding van de uitkomsten van de kobaltbepaling worden gevonden.

13.3 Afwijkende uitkomsten van kobaltbepalingen

Indien twee kobaltbepalingen van de analysemonsters uit een zelfde bedrijfsmonster meer dan 5% in waarde verschillen, moeten twee nieuwe analysemonsters worden onderzocht.

Deze procedure leidt er meestal toe dat een van de vier uitkomsten moet worden verworpen. Naast bedrijfsmonsters met uitkomsten van twee analysemonsters komen zo ook monsters voor met drie, of soms vier, niet afwijkende uitkomsten. Dit bemoeilijkt de uitvoering van de variantie analyse. De statistici hebben rekenmethoden ontwikkeld om meer dan twee geldige uitkomsten te vervangen door twee uitkomsten die op dezelfde wijze bijdragen tot de variantie van de uitkomsten.

Daar een afweging tussen wel of niet uniform zijn van een mengsel berust op een technologische afspraak omtrent de te hanteren grenswaarde voor de variatiecoëfficiënt, is gekozen voor een versimpeling van de methode.

Uit de set van drie of vier uitkomsten waarvan een (of twee) uitkomst(en) afwijkend is (zijn), wordt(worden) de afwijkende uitkomst(en) verworpen. Blijven drie geldige uitkomsten over, dan worden de twee uitkomsten met het kleinste onderlinge verschil gebruikt. Op deze wijze blijft de variantie analyse bestaan uit bedrijfsmonsters met ieder twee herhalingen.

14. VEILIGHEID

De toetsingsprocedure wordt in de meeste gevallen uitgevoerd onder praktijkomstandigheden in een mengvoederbedrijf.

Voor hen die de toetsingsprocedure in een mengvoederbedrijf zullen uitvoeren gelden de navolgende veiligheidsregels:

- a. de uitvoerenden stellen zich voor aanvang van de uitvoeringswerkzaamheden op de hoogte van de in het mengvoederbedrijf geldende veiligheidsvoorschriften;
- b. tijdens het verblijf op het mengvoederbedrijf zijn de uitvoerenden gehouden de veiligheidsvoorschriften van het mengvoederbedrijf op te volgen;
- c. tijdens het toevoegen van de kobalthoudende premix aan de hoofdstroom van het voer moeten beschermende handschoenen en een luchtwegbeschermmer in de vorm van een "snoetje" worden gedragen.

15. VERWERKING VAN KOBALTHOUDEND MENGVOEDER

Aan de tweede charge voer, die in het kader van de toetsingsprocedure wordt geproduceerd, wordt een kobalthoudend mengsel toegevoegd in een dosering van 2 kg per ton voer. Het mengvoeder bevat hierdoor ongeveer 100 ppm kobalt. Dit voer dient in een afzonderlijke cel te worden opgeslagen en mag niet in de handel worden gebracht.

Aanbevolen wordt het kobalthoudende voer zodanig te versnijden, dat de kobaltconcentratie in het uiteindelijk voor de handel bestemde voer niet meer bedraagt dan 2 ppm. Hierbij dient rekening gehouden te worden met in grondstoffen al aanwezige gehaltenes kobalt.

Het voer uit de derde charge bevat meestal slechts geringe hoeveelheden kobalt. Aangezien de mate van versleping niet vooraf bekend is, moet men rekenen op tamelijk grote afwijkingen in het kobaltgehalte van dit voer. Aangeraden wordt ook dit voer afzonderlijk op te slaan en voldoende te versnijden.

Wenst het mengvoederbedrijf het voer niet op enigerlei wijze te gebruiken, dan moet het als chemisch afval worden beschouwd en als zodanig worden behandeld en afgevoerd.

16. LITERATUUR

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

17. STANDAARDVOORSCHRIFT VOOR DE BEREIDING VAN KOBALTMENGSEL

Inleiding

Het kobaltmengsel voor de uitvoering van de toetsingsprocedure wordt via een natte weg bereid uit tarwegries en kobaltchloridehexahydraat. Hiermee wordt bereikt dat kobalt zeer goed over het kobaltmengsel is verdeeld en dat het kobaltmengsel qua eigenschappen, met name soortelijk gewicht, weinig van mengvoeder verschilt.

Ingrediënten

- tarwegries, goed gedefinieerde kwaliteit, als drager;
- kobaltchloridehexahydraat, minimaal 99% zuiver;
- water van tenminste leidingwaterkwaliteit.

Apparatuur

- mengapparatuur, geschikt voor droge en natte producten, b.v. Nauta-menger met kluitenbreker;
- apparatuur voor vernevelen onder druk (perslucht);
- droogapparatuur met geforceerde ventilatie;
- maalapparatuur, waaronder een molen met een hoog toerental;
- zeefapparatuur.

Veiligheidsmaatregelen

Bij het werken met kobalt, m.n. bij het vernevelen, malen en zeven dienen mond- en neusbescherming ("snoetje") te worden toegepast en geschikte kunststof handschoenen te worden gedragen.

Bereiding kobaltmengsel

De benodigde hoeveelheden kobaltchloridehexahydraat en tarwegries worden afgewogen. Het kobaltchloridehexahydraat wordt opgelost in ongeveer de tweevoudige gewichtshoeveelheid water. Het mengsel wordt zonodig licht verwarmd (max. 50 °C) tot een heldere oplossing is verkregen. De oplossing wordt kwantitatief overgebracht in het drukvat van de vernevelingsinrichting. De afgewogen tarwegries wordt in de menger gebracht, waarna de menger wordt gestart en het drukvat onder druk gebracht (ca. 2 – 2,5 bar). Hierna wordt de toevoer naar de sproeier in de menger geopend, zodat de verneveling van deze oplossing start. Na het volledig vernevelen van de kobaltchloridehexahydraatoplossing, eventueel in twee of meer etappes (volume drukvat), moet alle apparatuur die voor bereiding van de kobaltoplossing en verneveling is gebruikt 3 x met een geschikte hoeveelheid water worden nagespoeld. Het natte kobaltmengsel wordt nog 15 minuten nagemengd.

Hierna wordt de menger zo volledig mogelijk geleegd en wordt het mengsel gedurende ongeveer 24 uur bij ca. 60 °C gedroogd.

Het aldus gedroogde materiaal wordt gemalen met een molen met hoog toerental (b.v. een pennenmolen) en daarna afgezeefd over een zeef met een maaswijdte van maximaal 500 µm. De overslag van de zeef kan nogmaals worden gemalen en opnieuw over dezelfde zeef afgezeefd.

De doorvallen worden samengevoegd, in een menger gehomogeniseerd en hermetisch verpakt, bij voorkeur in eenheden die geschikt zijn voor direct gebruik in de toetsingsprocedure (i.e. 2 kg/ton).

Op de verpakking wordt vermeld:

- a. naam product (kobaltmengsel);
- b. vulgewicht;
- c. productiedatum en charge- en rapportnummer;
- d. de nominale kobaltconcentratie;
- e. het volgnummer van de verpakking uit de charge;
- f. veiligheidsmaatregelen.

Er moet rekening mee worden gehouden dat het gedroogde kobaltmengsel enigszins hygroscopisch is. Werken in een droge omgeving en zo kort mogelijk aan de lucht blootstellen verdient aanbeveling.

Bemonstering en rapportage

Tijdens het verpakken van het kobaltmengsel worden uit iedere gehomogeniseerde partij minimaal vier monsters getrokken. Hiervan zijn er twee bestemd voor een vochtbepaling en één voor de bepaling van de deeltjesgrootteverdeling, terwijl er minstens één als reservemonster wordt bewaard.

Van het aldus bereide kobaltmengsel worden minimaal in een rapport vastgelegd:

- a. herkomst en karakterisering van het tarwegries;
- b. herkomst en zuiverheid van het kobaltchloridehexahydraat;
- c. de gebruikte hoeveelheden drager, kobaltzout en water;
- d. het gemiddelde vochtgehalte van het mengsel na homogeniseren;
- e. het berekende kobaltgehalte van het kobaltmengsel;
- f. de deeltjesgrootteverdeling van het kobaltmengsel.

5.4 Toetsingsprocedure voor versleping bij de mengvoederbereiding met behulp van kobaltemengsels

In dit hoofdstuk worden enkele alternatieve procedures voor het bedrijfsintern meten van versleping met behulp van een kobaltracer beschreven. Deze betreffen een vereenvoudiging van de in hoofdstuk 2.2 beschreven referentiemethode.

Eenzijds betreft het een procedure waarin het aantal te trekken en te analyseren monsters aanzienlijk kan worden gereduceerd tot wat strikt noodzakelijk is voor een betrouwbare mate van versleping. Dit beperkt vooral de analysekosten. Uiteraard staat het ieder bedrijf vrij meer monsters te trekken en te analyseren om zo meer inzicht te verwerven in de procesnauwkeurigheid van de installatie.

Anderzijds betreft het twee procedures waarin het kobaltgehalte met een factor 2 respectievelijk 4 is verlaagd. Dit beperkt de problemen met het op verantwoorde wijze verwerken van de charge voer waaraan het kobalt is toegevoegd. Het beperkt echter ook de gevoeligheid van de methode. Zeer lage tot relatief lage verslepniveaus (< 3%, resp. < 5%) zijn hiermee niet goed meetbaar.

Voor het bedrijfsintern meten van versleping met een verlaagd kobaltgehalte mag zowel de referentiemethode, vermeld in hoofdstuk 2.2, worden toegepast als de bovengenoemde procedure met een gereduceerd aantal monsters.

Voor de zowel in hoofdstuk 2.3.1 als hoofdstuk 2.3.2 genoemde toetsingsprocedures mag i.p.v. het in § 17 bij hoofdstuk 2.2 gedefinieerde kobaltemengsel eveneens een mengsel op basis van kobaltsulfaat worden gebruikt. Het mengsel op basis van kobaltsulfaat dient te worden bereid volgens het standaardvoorschrift in hoofdstuk 2.3.4.

5.4.1 Aanpassing van de referentiemethode met kobalt voor het bedrijfsintern meten van versleping van 1% en meer bij de mengvoederbereiding (gereduceerd aantal monsters).

Zowel met de referentiemethode (zie hoofdstuk 2.2) als met deze aangepaste procedure kan een versleping van 1% of meer bij de bereiding van mengvoeders worden gemeten. Essentieel hiervoor is het gehalte van minimaal 5% kobalt in het toe te passen kobaltemengsel en het daaruit voortvloeiende gehalte van minimaal 100 ppm in het voedermengsel, waaraan het kobaltemengsel wordt toegevoegd.

In deze beschrijving wordt aangegeven waar en in welke opzichten de referentiemethode (hoofdstuk 2.2) kan en mag worden aangepast voor het bedrijfsintern meten van versleping. Eenvoudigheidshalve wordt hierbij de nummering van hoofdstuk 2.2 aangehouden. Niet vermelde onderdelen van de referentiemethode blijven in principe ongewijzigd of met slechts kleine voor de hand liggende aanpassingen van toepassingen.

1. TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode is uitsluitend bedoeld voor het bedrijfsintern meten van versleping.

2. APPARATUUR EN HULPMIDDELEN

Er zijn minimaal 46 kunststof potten van 50 ml met deksel of plastic monsterzakken van 1 liter nodig.

3. TREKKEN EN BEHANDELEN VAN MONSTERS**3.1 Trekken van monsters**

Bij het trekken van monsters kan het volgende schema worden gehanteerd, waarbij een deel van de trekkingen en/of verdere behandeling vrijwillig is indien men zelf meer inzicht wenst te krijgen.

- a. Na de eerste charge (zonder toegevoegd kobalt):
 1. minimaal 4 monsters op het gekozen controlepunt voor versleping, bij voorkeur na de koeler, voor het vaststellen van het natuurlijke kobaltgehalte in het voer (KAC1 – KAC4);
 2. minimaal 4 monsters op hetzelfde controlepunt voor het bepalen van het vochtgehalte (VAC1 – VAC4).
- b. Na de tweede charge (met toegevoegd kobaltmengsel):
 1. minimaal 10 monsters, zo dicht mogelijk na de menger en regelmatig verdeeld over de uitstroomtijd van een charge voor het vaststellen van het gemiddelde kobaltgehalte (KBM1 – KBM10). Eventueel (dit is vrijwillig) 20 monsters trekken (zie 7.2.3);
 2. minimaal 4 monsters op hetzelfde punt voor de bepaling van het vochtgehalte (VBM1 – VBM4);
 3. eventueel (dit is vrijwillig) 10 monsters op genoemd(e) controlepunt(en) voor versleping, voor het vaststellen van het gemiddelde kobaltgehalte (KBC1 – KBC10).
- c. Na de derde charge (verslepingscharge);
 1. eventueel (dit is vrijwillig) 10 monsters zo dicht mogelijk na de menger, regelmatig verdeeld over de uitstroomtijd van een charge (KCM1 – KCM10);
 2. 20 monsters op genoemd(e) controlepunt(en) voor versleping, regelmatig verdeeld over de totale looptijd van de charge langs dit punt, voor het vaststellen van de mate van versleping (KCC1 – KCC20);
 3. minimaal 4 monsters op hetzelfde punt voor de bepaling van het vochtgehalte (VCC1 – VCC4).

3.2 Monsterbehandeling en –bestemming

De technische monsterbehandeling (malen, volgorde etc.) blijft als beschreven in hoofdstuk 2.2, 7.1.2. Wat betreft bestemming van de monsters geldt het volgende.

- a. Alle vochtanalyses hebben als functie dat de uitkomsten van de kobaltanalyses voor verschillen in vochtgehalte kunnen worden gecorrigeerd of op droge stof teruggerekend.
- b. De monsters KAC1 – KAC4 worden individueel in duplo geanalyseerd. Dit is – met name voor de derde charge – van groot belang omdat men de kobaltgehalten in de charges twee en drie moet corrigeren voor het “natuurlijke” kobaltgehalte in het voer.

- c. De monsters KBM1 – KBM10 kunnen twee doelen dienen. Men kan ieder monster daartoe desgewenst splitsen in een a- en een b-monster óf, als men 20 in plaats van 10 monsters heeft getrokken (zie 7.1.2), deze om en om of elk gesplitst voor het ene dan wel het andere doel gebruiken.
- d. Eventueel (dit is vrijwillig) kan men nu de ene helft van de monsters gebruiken om de uniformiteit van het mengsel vast te stellen. Hiertoe moeten de 10 (óf 20) monsters elk afzonderlijk in duplo worden geanalyseerd.
- e. Van de andere helft van 10 óf 20 monsters kan een mengsel worden gemaakt eventueel na verdere verkleining van het product, met behulp waarvan het gemiddelde kobaltgehalte van de tweede charge worden vastgesteld. Hiertoe worden uit het mengsel minsten twee nieuwe monsters getrokken waarin het kobaltgehalte en het vochtgehalte in duplo worden geanalyseerd. Uiteraard mag het gemiddelde kobaltgehalte van charge twee ook worden bepaald door de individuele duplo-uitkomsten van 10 óf 20 monsters te middelen.
- f. Aan de hand van de monsters KBC1 – KBC190 kan men eventueel (dit is vrijwillig) een indruk krijgen in hoeverre de direct na mengen bereikte uniformiteit (KBM1 – KBM10) in het verdere productie- en transportproces tot aan het controlepunt voor versleping gehandhaafd blijft. Deze monsters moeten dan elk afzonderlijk in duplo worden geanalyseerd.
- g. Aan de hand van de monsters KCM1 – KCM10 kan men eventueel (dit is vrijwillig) vaststellen in hoeverre er in het traject tot het monsternamepunt direct na de menger al versleping optreedt. Voor de analyse kan men dan kiezen uit het analyseren van een mengmonster (analyse van twee monsters in duplo voor de gemiddelde versleping), of van alle tien monsters afzonderlijk in duplo (versleping patroon en berekening van het gemiddelde).
- h. De monsters KCC1 – KCC20 mogen twee aan twee worden gemengd, dus KCC1 + 2, KCC3 + 4 enz., waarna in elk van de 10 nieuw ontstane monsters in duplo het kobaltgehalte wordt bepaald. Ervan uitgaand dat elk van de oorspronkelijke monsters representatief is voor een evenredig deel van de charge, kan de gemiddelde versleping rechtstreeks worden berekend. Als bekend is dat dit niet zo is, bijvoorbeeld door onregelmatige tijdsintervallen tussen monsternames, moet het gewogen gemiddelde, gerelateerd aan de werkelijke tijdsintervallen, worden berekend.
- i. Men kan er ook voor kiezen de monsters KCC1 – KCC 20 elk afzonderlijk in duplo te analyseren en daarna het gemiddelde op bovenstaande wijze te berekenen.

4. BEWERKING VAN DE UITKOMSTEN

4.1 Variantie analyse

Bij deze vereenvoudigde uitvoering lenen de uitkomsten zich slechts in beperkte mate voor statistische analyse.

Voor zover er meetseries met in duplo uitgevoerde analyses zijn, verdient het aanbeveling per meetserie via een variantie analyse in elk geval de variatiecoëfficiënt tussen herhalingen te berekenen.

Voor zover er meetseries zijn waarvan de uitkomsten in het ideale geval dezelfde waarde moeten hebben (uniformiteit), moet een variantie analyse worden uitgevoerd waarmee zowel de variatiecoëfficiënten tussen monsters als tussen herhalingen worden berekend.

Dit geldt met name voor de monstersserie KAC1, KAC4 en eventueel voor KBM1 – KBM10, KCB1 – KBC10 en KCM1 – KCM10 voor zover men deze series monsters trekt, individueel analyseert en geïnteresseerd is in de mate van uniformiteit.

4.2 Berekening versleping

Alle kobaltgehalten worden vooral met behulp van de gemiddelde uitkomsten van de daarmee corresponderende vochtbepalingen op droge stof gecorrigeerd. De versleping van de installatie wordt nu op basis van de gecorrigeerde waarden als volgt berekend:

Het gemiddelde kobaltgehalte in de 20 monsters KCC uit de derde charge minus het gemiddelde kobaltgehalte in de 4 monsters KAC uit de eerste charge, gedeeld door het gemiddelde kobaltgehalte van de 10 monsters KBM uit de tweede charge, eveneens minus het gemiddelde kobaltgehalte in de 4 monsters KAC uit de eerste charge. Door de uitkomst te vermenigvuldigen met 100 wordt het gemiddelde percentage versleping in de charge direct volgend op de charge, waaraan het kobaltmengsel als model voor een premix met toevoegingsmiddel is toegevoegd, berekend.

Door de uitkomsten van de kobaltanalyses in de monsters KCC1 – KCC20 (gecorrigeerd met het gemiddelde van KAC1 – KAC4) grafisch uit te zetten, krijgt men een verslepingpatroon dat in principe meer informatie geeft dan het berekende gemiddelde.

4.2.1 Aanpassing van de meetmethoden met kobalt voor het bedrijfsintern meten van versleping van 3% en meer bij de mengvoederbereiding

Voor de bedrijfsinterne meting van versleping van 3% en meer kan zowel de toetsingsprocedure, zoals aangegeven in hoofdstuk 2.2, als de onder hoofdstuk 2.3.1 beschreven aangepaste procedure worden gebruikt. Hierbij wordt een kobaltgehalte in het kobaltmengsel, als bedoeld in paragraaf 2 van hoofdstuk 2.2, gehanteerd van minimaal 2,5%. Hiermee wordt in de tweede charge voer van de toetsingsprocedure een gehalte gerealiseerd van ongeveer 50 mg/kg.

4.2.2 Aanpassing van de meetmethoden met kobalt voor het bedrijfsintern meten van versleping van 5% en meer bij de mengvoederbehandeling

Voor de bedrijfsinterne meting van versleping van 5% en meer kan zowel de toetsingsprocedure, zoals aangegeven in hoofdstuk 2.2, als de hierboven onder hoofdstuk 2.3.1 beschreven aangepaste procedure worden gebruikt. Hierbij wordt een kobaltgehalte in het kobaltmengsel, als bedoeld in paragraaf 2 van hoofdstuk 2.2, gehanteerd van minimaal 1,25%. Hiermee wordt in de tweede charge voer van de toetsingsprocedure een gehalte gerealiseerd van ongeveer 25 mg/kg.

Literatuur

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

4.2.3 Standaardvoorschrift voor de bereiding van een kobaltsulfaatmengsel voor het bedrijfsintern meten van de versleping

Inleiding

Het kobaltmengsel voor de uitvoering van de toetsingsprocedure wordt via droge menging bereid uit tarwegries, tarwe-achtermeel en kobaltsulfaat. Hiermee wordt bereikt dat kobalt goed over het kobaltmengsel is verdeeld en dat het kobaltmengsel qua eigenschappen weinig van mengvoeder verschilt.

Ingrediënten:

- a. tarwegries en tarweachtermeel, goed gedefinieerde kwaliteit als drager;
- b. kobaltsulfaatheptahydraat, minimaal 98% zuiver.

Apparatuur

mengapparatuur, geschikt voor droge producten, bijv. Planeetmenger.
Als hulpmiddel zijn verder o.a. geschikte balansen nodig voor het afwegen van de ingrediënten.

Veiligheidsmaatregelen

Bij het werken met kobalt dienen mond- en neusbescherming ("snoetje") te worden toegepast en geschikte kunststof handschoenen te worden gedragen.

Bereiding kobaltmengsel

De benodigde hoeveelheden kobaltsulfaatheptahydraat, tarwegries en tarwe-achtermeel worden afgewogen.

De afgewogen hoeveelheden worden in een planeetmenger gedurende 15 minuten gemengd. Hierna wordt het mengsel afgevuld in emmers van 2,0 kg en goed afgesloten met een deksel.

Op de verpakking wordt vermeld:

- a. naam en code van het product (kobaltmengsel);
- b. vulgewicht in kg;
- c. productiedatum;
- d. de nominale kobaltconcentratie;
- e. het volgnummer van de verpakking uit de charge;
- f. veiligheidsmaatregelen.

De afgesloten emmers dienen onder geconditioneerde omstandigheden te worden opgeslagen.

Verpakking direct voor gebruik openen.

Het kobaltmengsel dient aan de volgende eisen te voldoen:

- a. deeltjesgrootte: maximaal 1% > 0,7 mm; maximaal 10% > 0,5 mm;
- b. kobaltgehalte: minimaal 4,5%.

Bemonstering en rapportage

Tijdens het verpakken van het kobaltmengsel worden uit iedere gehomogeniseerde partij 4 monsters getrokken. Hiervan is er 1 bestemd voor een vochtbepaling, 1 voor de bepaling van de deeltjesgrootteverdeling en 1 voor de bepaling van kobalt, terwijl er 1 als reservemonster wordt bewaard.

Van het aldus bereide kobaltmengsel worden minimaal in een rapport vastgelegd:

- a. herkomst en karakterisering van de tarwegries;
- b. herkomst en karakterisering van het tarwe-achtermeel;
- c. herkomst van het kobaltsulfaatheptahydraat;
- d. de gebruikte hoeveelheden drager en kobaltzout;
- e. het vochtgehalte van het mengsel na homogeniseren;
- f. het berekende kobaltgehalte van het kobaltmengsel;
- g. het geanalyseerde kobaltgehalte van het kobaltmengsel;
- h. de deeltjesgrootteverdeling van het kobaltmengsel.

5.5 Toetsingsprocedure voor de versleping bij de mengvoederbereiding met behulp van een mangaan en een eiwitrijk resp. eiwitarm mengsel

1. TOEPASSINGSGBIED

De toetsingsprocedure is ontworpen voor het vaststellen van de versleping die optreedt in mengvoederproductiebedrijven. Zowel de versleping van de grote componenten vanaf de doseerinstallatie voor grondstoffen als de versleping van de bestanddelen die via voormengsels worden toegevoegd, worden afzonderlijk vastgesteld.

Door de monsters, die ten behoeve van het verslepingsonderzoek moeten worden verzameld, op verschillende plaatsen in het productieproces te verzamelen kan inzicht omtrent de versleping in onderdelen van het productieproces (bijvoorbeeld: maal-/menglijn tot persmeelbunker of de pers-/koellijn) worden verkregen. De methode is ook geschikt om vast te stellen in hoeverre met de installatie uniforme mengsels geproduceerd kunnen worden (zie punt 9.).

2. DEFINITIES

Versleping

Onder versleping wordt verstaan dat een gedeelte van een voorgaande charge voer in het productie- en transportsysteem achterblijft en terechtkomt in de daarop volgende charges.

Verslepniveau

Het verslepniveau wordt gedefinieerd als de hoeveelheid van een nutriënt of bestanddeel uit een voorgaande charge, uitgedrukt in procenten, die in de daarop volgende charge voer (van dezelfde grootte) terechtkomt. Het verslepniveau kan worden gemeten over een gedeelte van de installatie (bijvoorbeeld tot de persmeelbunkers) of over de hele installatie.

3. PRINCIPE VAN DE TOETSINGSPROCEDURE

De toetsingsprocedure wordt uitgevoerd door eerst een eiwit- en Mn-rijk sojamenngsel te fabriceren en direct daarna op dezelfde productielijn een eiwit- en Mn-arm mengsel te fabriceren. De toename in het eiwit- en Mn-gehalte van het maismengsel tijdens het doorlopen van de productielijn wordt veroorzaakt door versleping. Door deze toename te relateren aan het eiwit- en Mn-gehalte van het sojamenngsel kan het verslepniveau worden berekend.

Omdat het eiwit- en mangaangehalte van het maismengsel hyperbolisch verloopt (van hoge gehalten aan het begin van de stroom naar lagere gehalten daarna), moet aan de bemonsteringsprocedure speciale aandacht worden besteed.

4. APPARATUUR EN HULPMIDDELEN

Voor de uitvoering van de toetsingsprocedure zijn nodig:

- een hoeveelheid mangaanoxyde, overeenkomende met 0,4% van de gebruikelijke chargegrootte;
 - (eventueel) een schep om de monsters te nemen;
 - twee emmers om een aantal submonsters te kunnen verzamelen;
 - monsterpotten of –zakken die minstens 200 gram materiaal kunnen bevatten.
- Als het verslepingsonderzoek op twee plaatsen in de productielijn wordt uitgevoerd, zullen 20 monsterpotten meestal genoeg zijn (uiteindelijk worden slechts 14 monsters onderzocht).

5. BENODIGDE BEDRIJFSGEGEVENS

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

- a. het blokschema van de productie-installatie;
- b. de wijze waarop het soja- en maismengsel wordt samengesteld. Met name dient exact te worden aangegeven hoe en waar het mangaanoxyde is toegevoegd en hoe het (eventuele) transportsysteem van het mangaanoxyde naar de menger is gespoeld, zowel voor het sojamengsel als voor het maismengsel.

6. UITVOERING VAN DE TOETSINGSPROCEDURE

6.1.a. Fabricage van het eiwit- en Mn-rijke sojamengsel

Het sojamengsel (met de gebruikelijke chargegrootte) bestaat uit 92% sojaschroot, 4% vet, 3% rietmelasse, 0,4% mangaanoxyde en 0,8% dicalciumfosfaat (of krijt of zout). Dit mengsel wordt op de gebruikelijke wijze gedoseerd, gemalen, gemengd en gepelleteerd. Melasse en vet worden toegevoegd om een meel met normale fysische eigenschappen te verkrijgen, dat zich goed laat pelleteren. Het sojaschroot mag uit meerdere doseersilo's afkomstig zijn.

Het mangaanoxyde komt in de plaats van het voormengsel en dient dezelfde weg te doorlopen als het voormengsel. Het mangaanoxyde wordt dus in de voormengselweegschaal of bijstortput gedoseerd.

De dosering dient zodanig te worden uitgevoerd dat het mangaanoxyde vrijwel volledig onderin de premixweegschaal of bijstortput terechtkomt.

Het mangaanoxyde dient aan de volgende eisen te voldoen:

- a. Mn-gehalte minimaal 50%;
- b. deeltjesgrootte: 100% dient kleiner te zijn dan 0,2 mm.

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

Ten behoeve van de toetsingsprocedure wordt daarom eerst 0,4% mangaanoxyde en daarna 0,8% krijt, voederfosfaat of zout gedoseerd.

Nadat de inhoud van de voormengselweegschaal (of het bijstortputje) aan het sojamengsel in de menger is toegevoegd, wordt de normale mengtijd doorgevoerd.

Vervolgens wordt het mengsel afgevoerd naar een lege persmeelbunker en gepelleteerd (bemonsteren).

De maal-/menglijn en pers-/koellijn mogen na het sojamengsel niet voor iets anders worden gebruikt dan voor het maismengsel.

6.1.b. Bemonsteren van het sojamengsel

Bij het lossen van de sojapelllets in de gereedproductsilo wordt van het laatste deel van de charge een goed mengmonster genomen.

6.2.a. Fabricage van het eiwit- en Mn-arme maismengsel

Het maismengsel (met dezelfde chargegrootte als het sojamengsel) bestaat uit 92% mais, 4% vet, 3% rietmelasse en 0,8% dicalciumfosfaat (of krijt of zout). Als het niet mogelijk is om 92% mais te doseren mag ook een mais-/tarwemengsel of een ander eiwitarm mengsel worden samengesteld (bemonsteren).

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

Nadat het voederfosfaat aan het mengsel is toegevoegd, start de mengtijd. Het mengsel wordt vervolgens afgevoerd naar de (lege) persmeelbunker (bemonsteren) en vervolgens gepelletiseerd (bemonsteren).

6.2.b. Bemonsteren van het maismengsel

De volgende monsters van het maismengsel worden verzameld:

- a. de mais (en eventueel de tarwe) die is gebruikt voor het samenstellen van het mengsel;
- b. zes monsters van het maismengsel bij het inlopen in de persmeelbunker;
- c. zes monsters van het maismengsel bij het inlopen in de gereedproductsilo.

Voor de monsters sub b en sub c is de bemonsteringsprocedure belangrijk. Met name in het eerste gedeelte van het meel of de pellets uit de charge zullen hogere gehalten aan eiwit en mangaan worden aangetroffen, die daarna relatief snel naar een lager en meer constant niveau dalen. Het is daarom van belang het eerste deel van de meel- of pelletstroom intensief te bemonsteren, en te weten op welk deel van het voer deze monsters betrekking hebben.

De bemonsteringsprocedure bij de inloop in de persmeelbunker (wat meestal 3 à 5 minuten duurt) is als volgt:

- a. gedurende de eerste 30 seconden worden zoveel mogelijk submonsters in een emmer verzameld; hiervan wordt een mengmonster gemaakt;
- b. gedurende de tweede 30 seconden: idem;
- c. daarna wordt elke 30 seconden een steekmonster uit de stroom verzameld tot de meelstroom staakt.

De totale looptijd van de meelstroom wordt genoteerd en er worden 6 monsters bewaard, te weten de drie die het eerst zijn genomen en drie van de overige monsters.

Het bemonsteren van de pellets bij de inloop in de gereedproductsilo gebeurt op dezelfde wijze. Omdat de totale looptijd meestal wat langer is wordt de procedure nu als volgt:

- a. gedurende de eerste minuut worden zoveel mogelijk submonsters in een emmer verzameld; hiervan wordt een mengmonster gemaakt;
- b. gedurende de tweede minuut: idem;
- c. daarna wordt elke minuut een steekmonster uit de stroom verzameld tot de pelletstroom staakt;
- d. (Als de pelletstroom niet continu doorloopt, dient de "echte" looptijd gehanteerd te worden.)

Ook hier de totale looptijd noteren en zes monsters bewaren, namelijk de drie die het eerst zijn genomen en drie van de overige monsters.

6.3 Verwerking van het sojamengsel in mengvoer

Het sojamengsel heeft bij lage verslepingsniveaus een Mn-gehalte van ca. 2.000 mg/kg. Bij verwerking van dit sojamengsel in mengvoer dient men er rekening mee te houden dat het Mn-gehalte van mengvoer max. 250 mg/kg mag zijn.

7. HET ANALYSEREN VAN DE MONSTERS

In totaal zijn er 14 (of eventueel 15) monsters verzameld:

1 monster sojapelllets (+ Mn)	=	A
1 monster maïs (zuiver) (+ evt. tarwe)	=	B
6 monsters maïsmengselmeel (persmeelbunker)	=	C (1 t/m 6)
6 monsters maïsmengselmeel (gereedproductsilo)	=	D (1 t/m 6)

Alle monsters worden geanalyseerd op RE en Mn.

De helft van de monsters maïsmengsel en maïsmengselpellets worden geanalyseerd op vocht; dit om na te gaan of tijdens het pelletteren het vochtgehalte is gewijzigd. Wanneer het vochtgehalte door het pelletteren duidelijk is gewijzigd, dienen de RE- en Mn-gehalten van de maïsmengselpellets te worden gecorrigeerd naar het vochtgehalte van het maïsmengselmeel.

8. HET BEREKENEN VAN DE VERSLEPINGSPERCENTAGES

Uit de gehalten aan RE en Mn van de getrokken monsters worden de versleppingspercentages berekend. Stel dat de volgende gehalten zijn gevonden:

Sojapelllets: 420 gram RE en 2.006 mg Mn/kg

Zuivere maïs: 86 gram RE en 4 mg Mn/kg

monsters maïsmengsel (boven 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. steekmonster	90 gram	en	27 mg
4. steekmonster	85 gram (gem. 88)	en	30 mg (gem. 28)
5. steekmonster	88 gram	en	28 mg
6. steekmonster	89 gram	en	27 mg

De totale looptijd van meelstroom in persmeelbunker= 5,5 min..

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

$$\text{RE} = 0,92^* \cdot 86 + 0,03^* \cdot 40 = 80,3 \text{ gram/kg}$$

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

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

$$\text{RE} = \frac{0,5}{5,5} \cdot 160 + \frac{0,5}{5,5} \cdot 100 + \frac{4,5}{5,5} \cdot 88 = 95,6 \text{ gram/kg}$$

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

(de monsters 1 en 2 hebben elk een looptijd van 0,5 minuut op een totale looptijd van 5,5 minuut.

Voor de monsters 3 t/m 6 wordt het gemiddelde gehalte berekend; de looptijd hiervan is $5,5 - 2 \times 0,5 = 4,5$ minuut).

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

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

De versleppingspercentages worden dan (tot persmeelbunker)

$$\text{voor RE} = \frac{95,6 - 80,3}{420 - 80,3} \times \frac{1.530}{339,7} \times 100 = \frac{15,3}{339,7} \times 100 = 4,5\%$$

$$\text{en voor Mn} = \frac{64,7 - 4,4}{2.006 - 4,4} \times \frac{6.030}{2.001,6} \times 100 = \frac{60,3}{2.001,6} \times 100 = 3\%$$

De versleppingspercentages bij de inloop van de gereedproductcel worden op dezelfde wijze berekend.

Het versleppingspercentage van het RE heeft betrekking op het voer als zodanig, vanaf de doseerinstallatie.

Het versleppingspercentage voor het Mn geeft een indicatie omtrent de versleping van bestanddelen uit het voermengsel.

9. HET METEN VAN DE UNIFORMITEIT

Om vast te stellen in hoeverre met de installatie uniforme mengsels worden geproduceerd, dienen van het Mn-rijke sojamengsel minstens 10 monsters te worden verzameld en op Mn te worden geanalyseerd. De spreiding in de Mn-gehalten van deze monsters (standaarddeviatie 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 dient men erop bedacht te zijn dat de gehele stroom van het mengsel wordt bemonsterd. Omdat veelal niet exact bekend is hoe lang de meelstroom zal duren, is het gewenst in eerste instantie een royaal aantal monsters te nemen, waarvan slechts een deel (namelijk 10) onderzocht hoeft te worden.

Het uniformiteitsonderzoek kan op allerlei plaatsen in de installatie worden uitgevoerd. Wanneer de monsters direct na de menger worden verzameld verkrijgt men een goed beeld omtrent het functioneren van de menger.

Worden de monsters daarentegen op andere plaatsen in de installatie (doch na de menger) verzameld, dan zal de uniformiteit in het algemeen minder zijn dan direct na de menger.

Dit omdat in dat geval ontmenging en versleping mede een rol spelen. Omdat het Mn-rijke sojamengsel altijd geproduceerd zal worden na een "normaal" mengvoer met veel lagere Mn-gehalten, zullen de eerste monsters van het sojamengsel verontreinigd zijn met een zekere hoeveelheid mengvoer en dus minder Mn bevatten. De daaropvolgende monsters zullen steeds minder met normaal mengvoer zijn verontreinigd en zullen dan ook steeds hogere Mn-gehalten hebben.

10. FOUTEN DISCUSSIE

In tabel 1 is aangegeven welke Mn- en eiwitgehalten in het maïsmengsel te verwachten zijn bij verschillende versleppingspercentages, uitgaande van 80 gram RE en 5 mg Mn/kg maïsmengsel (zuiver) en 400 gram RE en 1.800 mg Mn/kg sojamengsel.

Tabel 1 Effect versleppingspercentage op Mn en eiwitgehalte van maïsmengsel						
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 verwaarloosd						
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 analysenauwkeurigheid van de Mn en RE-bepaling kan een schatting worden gemaakt van de nauwkeurigheid waarmee het versleppingspercentage is vast te stellen.

Voor de 6 te onderzoeken maïsmonsters is verondersteld dat het gemiddeld gevonden Mn-gehalte in 95% van de gevallen tussen 95 en 105% van het werkelijke gehalte zal liggen; voor gehalten < 60 mg/kg is het absolute interval gelijkgesteld aan het interval bij 60 mg/kg, dus +/- 3 mg/kg.

Voor het sojamengsel is verondersteld dat het bij analyse gevonden Mn-gehalte maximaal 100 mg/kg afwijkt van het werkelijke gehalte.

Voor het eiwit is verondersteld dat het gemiddeld gevonden gehalte in de 6 maïsmonsters in 95% van de gevallen ligt tussen 99 en 101% van het werkelijke gehalte en dat het gevonden gehalte van het sojamengsel maximaal 2% van het werkelijke gehalte afwijkt.

In tabel 2 zijn de resultaten van de uitgevoerde berekeningen weergegeven. Geconcludeerd kan worden dat lage versleppingspercentages nog redelijk betrouwbaar zijn vast te stellen. Bij lage versleppingsniveaus lijkt Mn beter te voldoen dan het RE; bij hoge versleppingsniveaus daarentegen geeft het eiwit betere resultaten dan het Mn.

Tabel 2: Effect van de analysenauwkeurigheid op het vast te stellen versleppingspercentage				
		Maïsmengsel		
Versleppingsniveau		Berekend	Interval analyse	Versleppingspercentage*
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 laag Mn in maïs is gerekend met hoog Mn in soja, en omgekeerd).				
		Berekend	Interval analyse	Versleppings %*
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 van 392 - 408; bij laag RE in maïs is gerekend met hoog RE in soja en omgekeerd).				

5.6 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping in voormengsels- en toevoegingsmiddeleninstallaties

1. SYSTEMATIEK

De wijze van meting van de versleping in voormengsel- en toevoegingsmiddeleninstallaties en installaties is qua systematiek overeenkomstig hoofdstukken 2.2. t/m 2.4

2. VERSLEPINGSTRAJECT

- a. Het te meten traject van versleping betreft het punt van toevoeging van toevoegings- en/of diergeneesmiddelen tot de vulling van de bulkauto of de vulling van zakgoed.
- b. Van iedere productielijn in de installatie dient meting van versleping uitgevoerd te worden.
- c. De meting dient uitgevoerd te worden met een hoeveelheid mengsel die gelijk is aan de kleinste charge die in de praktijk op de betreffende productielijn nog mag worden geproduceerd.

3. TE GEBRUIKEN TRACERSTOF

Voor het meten van versleping kan de volgende tracerstof worden gebruikt: kobaltmengsels overeenkomstig hoofdstuk 2.2 of 2.3.4 met kobaltconcentratie van minimaal 200 mg/kg. Bij kobaltconcentraties van 2.000 mg/kg of meer mag ook gebruik gemaakt worden van zuiver kobaltsulfaat. Daarnaast kunnen de microtracers FSS-Lake en F-Lake en methylviolet in de dosering van 10 mg/kg worden gebruikt. Voor het overige dient voldaan te worden aan hoofdstuk 2.3.4.

4. VASTSTELLING VERSLEPING

De meting van versleping geschiedt door het mengsel waarin de versleping optreedt als geheel in beschouwing te nemen. Dit betekent dat het gemiddelde gehalte in dit mengsel uitgangspunt is voor de vaststelling van de versleping. De versleping wordt dan als volgt gemeten:

- a. het gehele mengsel opnieuw mengen;
- b. uit dit mengsel 5 monsters (V1 t/m V6) nemen en analyseren. Het gemiddelde gehalte wordt hieruit berekend;
- c. de versleping wordt als volgt berekend:

(gemiddelde hoeveelheid in mengsel waarin versleping plaatsvindt)

————— x 100%

(dosering in voorgaande mengsel waaruit versleept wordt)

5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van microtracers

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze toetsingsprocedure/-methode voor het vaststellen van de homogeniteit van melen en korrels kan worden toegepast op in mengvoederbedrijven gangbare voormengsels en mengsels van gemalen mengvoedergrondstoffen.

De methode kan tevens worden toegepast voor het verkrijgen van het verslepiingspercentage dat optreedt in mengvoedergrondstoffen.

2. DEFINITIES

Productie-installatie: Onder een productie-installatie wordt verstaan een installatie die geschikt is voor de bereiding van mengvoerders.

Microtracermengsel: Voor het testen van een mengvoeder bevat het microtracermengsel 4 kg voederkalk of tarwegries en 100 g microtracer. Er wordt dus 100 g microtracer vermengd met 1 t mengvoeder, hetgeen overeenkomt met een mengnauwkeurigheid van 1:10 000.

Voor het testen van een premix bevat het microtracermengsel 4 kg voederkalk of tarwegries en 10 g microtracer. Er wordt dus 10 g microtracer vermengd met 1 t mengvoeder, hetgeen overeenkomt met een mengnauwkeurigheid van 1:100 000.

3. PRINCIPE

Als meetstof worden zogenaamde microtracers gebruikt. Dit zijn elementaire ijzerdeeltjes, die met een voedingskleurstof worden gecoat om bij de analyse de kleurpunten te kunnen tellen. Een gemiddeld aantal deeltjes per mg wordt aangegeven in het analysecertificaat van de gebruikte microtracer. Bij de microtracer-deeltjes gaat het inderdaad om een deeltjesverdeling; daarom varieert het gemiddelde aantal deeltjes afhankelijk van de microtracer-charge. Om het desbetreffende aantal deeltjes in de proef vast te stellen wordt een microtracer-mengsel geproduceerd waarin het gemiddelde aantal deeltjes van de gebruikte microtracer exact bepaald wordt (zie paragraaf 17).

Twee verschillende microtracers zijn geschikt voor de homogeniteits- en verslepiingsanalyse. Deze onderscheiden zich door hun deeltjesgrootte en daardoor het aantal deeltjes per mg. De microtracer F bestaat uit deeltjes met een grootteverdeling van 150 – 300 µm en wordt reeds lange tijd overal in de voederindustrie gebruikt. De iets fijnere microtracer FSS met een grootteverdeling van 75 – 150 µm is speciaal ontwikkeld voor de kippenvoerders om de gebruikte proefhoeveelheid te verminderen.

De vereiste nauwkeurigheid voor de vaststelling van een versleping van 1% wordt bij beide microtracers F en FSS bereikt. Om een statistisch nauwkeurige beoordeling te kunnen realiseren, moet een minimaal aantal deeltjes van 15 deeltjes per filter aanwezig zijn. Alleen dan kan voor de eerste productiecharge een nauwkeurige beoordeling van de homogeniteit worden gemaakt.

Methode	Gemiddeld aantal deeltjes per milligram [mg]	Proefhoeveelheid voor bepaling van de homogeniteit [g]	Gemiddeld verwacht aantal deeltjes in de onderzochte proefhoeveelheid	Proefhoeveelheid voor bepaling van de versleping [g]	Nauwkeurigheid van het verslepingsonderzoek in %	Gemiddeld verwacht aantal deeltjes in de onderzochte proefhoeveelheid
FSS-Lake 100 ppm	200	2	40	200	1	40
F-Lake 100 ppm	25	20	50	2000	1	50
FSS-Lake 10 ppm	200	25	50	2500	1	50

Tabel 1:

De toetsingsprocedure voor het vaststellen van de mate van homogeniteit van meelmengsels bij de bereiding van mengvoeders maakt gebruik van een microtracermengsel dat, wat betreft zijn eigenschappen, gangbare additieven aan mengvoeders kan vervangen.

De toetsingsprocedure omvat de verwerking van twee charges van een zelfde voedermengsel. Aan de eerste charge wordt het microtracermengsel (zie paragraaf 2) toegevoegd. Vervolgens wordt het aantal deeltjes microtracer in de monsters meel en korrels uit de eerste charge voer bepaald. De tweede productiecharge bestaat uit het blanco voer zonder het microtracermengsel. In meel- en korrelmonsters uit deze charge wordt eveneens het gehalte microtracer bepaald. Dit gehalte geeft een beeld van de versleping die in de productie-installatie optreedt.

Het aantal deeltjes microtracer in de genomen monsters wordt bepaald door de microtracerdeeltjes van de overige voederdeeltjes te scheiden met behulp van een rotatiedetector en door de voedingskleurstof van de afzonderlijke microtracerdeeltjes zichtbaar te maken op een vel filtreerpapier.

4. APPARATUUR EN HULPMIDDELEN

Voor de uitvoering van de toetsingsprocedure zijn nodig:

- 40 kunststof monsterzakken voor het bewaren van monsters meel en korrels, elk met een capaciteit van tweemaal de monsterhoeveelheid (zie tabel 2);
- 40 kunststof monsterzakken voor het bewaren van monsters meel en korrels, elk met een capaciteit van tweemaal de monsterhoeveelheid (zie tabel 2);
- een kleine en een grote kunststof schep voor het nemen van de monsters.

Het genoemde aantal zakken is nodig indien op één punt in de productie-installatie monsters meel en op een ander punt monsters korrels worden getrokken. Voor ieder volgend monsternamepunt zijn 40 zakken extra nodig.

Methode	Te nemen monsterhoeveelheid uit productiecharge 1 voor bepaling van de homogeniteit	Te nemen monsterhoeveelheid uit productiecharge 2 voor bepaling van de versleping
FSS-Lake 100 ppm	≥ 4 g	≥ 400 g
F-Lake 100 ppm	≥ 40 g	≥ 4.000 g
FSS-Lake 10 ppm	≥ 50 g	≥ 5.000 g

Tabel 2:

Er moet een laboratorium beschikbaar zijn waar microtracercanalyses kunnen worden gedaan. Met dit laboratorium dienen tijdig afspraken te worden gemaakt, zodat de analyses snel na de monsternamen kunnen worden uitgevoerd.

5. BENODIGDE BEDRIJFSGEGEVENS

Bij het mengvoederbedrijf waar de toetsingsprocedure zal worden uitgevoerd, wordt van tevoren opgevraagd:

- a. een blokdiagram van de productie-installatie, waarin tijdens de uitvoering zelf kan worden aangegeven waar het microtracermengsel is toegevoegd en waar monsters zijn getrokken.

Tijdens de uitvoering van de toetsingsprocedure worden opgevraagd:

- b. de computerprinten, of kopieën hiervan, waaruit moet zijn af te lezen:
 1. de samenstelling van het voedermengsel;
 2. het door de computer gevraagde chargegewicht, en
 3. het werkelijke chargegewicht;
 of indien er geen automatisering aanwezig is:
 4. de samenstelling van het voedermengsel;
 5. het berekende chargegewicht. Dit gewicht verkrijgt men door optelling van de per component afgewogen hoeveelheden;
 6. de aflezing van het werkelijke chargegewicht.

Om het chargegewicht voor de menger en voor de korrelpers te kunnen berekenen, worden opgevraagd:

- c. waar en hoeveel melasse, vinasse en andere vloeibare ingrediënten aan de hoofdstroom van het voer worden toegevoegd, en
- d. waar en hoeveel vetten etc. aan de voerstroam worden toegevoegd. De opgevraagde toevoegingspunten worden in het blokschema aangegeven.

6. TOEVOEGEN VAN HET MICROTRACERMENGSEL

Aan de eerste charge wordt een microtracermengsel (zie paragraaf 2) toegevoegd. De plaats waar het microtracermengsel wordt toegevoegd is afhankelijk van het te meten verslepingstraject (zie paragraaf 7.1). De plaats waar de toevoeging van het microtracermengsel moet plaatsvinden, dient in het blokdiagram voor de productie-installatie te worden aangegeven.

De plaats waar de toevoeging van het microtracermengsel moet plaatsvinden, dient in het blokdiagram voor de productie-installatie te worden aangegeven. Uitgegaan mag worden van het door de procescomputer gevraagde chargegewicht.

7. TREKKEN EN BEHANDELEN VAN MONSTERS

7.1 Analysemonsters

7.1.1 Trekken van de monsters

Tijdens de uitvoering van de toetsingsprocedure in een mengvoederbedrijf worden op de van tevoren bepaalde plaatsen monsters getrokken:

- a. na de menger, doch zo dicht mogelijk bij de menger (zie 13.1);
- b. uit de inloop van de gereedproductsilo in geval van meelproductie of persmeel-silo;
- c. uit de inloop van de gereedproductsilo in geval van korrelproductie;
- d. een ander gewenst eindpunt voor het vaststellen van een relevant verslepingstraject

Indien op de gewenste plaatsen de meel- of korrelstroom niet bereikbaar is, dienen in overleg met het bedrijf hiertoe geschikte openingen te worden gemaakt.

Er worden telkens 20 monsters per bemonsteringspunt genomen. De statistische zekerheid wordt door de verhoging van het aantal monsters vergroot. De verhoging van het aantal monsters naar 30 of 40 monsters is echter vrijwillig.

Meelproductie

Uit de eerste charge worden 20 monsters meel (onmiddellijk na de menger) en 20 monsters meel (uit de inloop van de gereedproductsilo) getrokken voor de micro-traceranalyse (te nemen monsterhoeveelheid, zie tabel 2).

Uit de tweede charge worden 20 monsters meel (onmiddellijk na de menger) en 20 monsters korrels (uit de inloop van de gereedproductsilo) getrokken voor de micro-traceranalyse (te nemen monsterhoeveelheid, zie tabel 2).

Korrelproductie

Uit de eerste charge worden 20 monsters meel (onmiddellijk na de menger) en 20 monsters korrels (uit de inloop van de gereedproductsilo) getrokken voor de micro-traceranalyse.

Uit de tweede charge voer worden 20 monsters meel (onmiddellijk na de menger) en 20 monsters korrels (uit de inloop van de gereedproductsilo) getrokken voor de micro-traceranalyse (te nemen monsterhoeveelheid, zie tabel 2).

Indien men een uitsplitsing van de versleping wil maken in de doseer-/maal-/menglijn enerzijds en de perslijn anderzijds dient men bij de eerste en tweede charge ook 20 meelmonsters voor de micro-tracerbepaling te trekken bij de inloop van de persmeelsilo. De werkwijze is identiek aan de methode voor meelproductie.

Monsterzakken

Alle monsterzakken worden voor het begin van de productie van de eerste charge voer voorzien van de monstercode. De monsterzakken moeten tot de rand worden gevuld en luchtdicht worden afgesloten om ontmenging (bij meelmonsters) zoveel mogelijk te voorkomen.

Bemonstering

- a. Productiecharge: Zodra de meel- en/of korrelstroom van de te onderzoeken charge begint door te lopen, worden – zo goed mogelijk verdeeld over de loopduur van de charge – 20 monsters meel en 20 monsters korrels getrokken.
- b. Productiecharge: Vanwege de te verwachten ongelijke verdeling van de microtracerdeeltjes in de verslepiingscharge (aan het begin zeer hoge aantallen microtracerdeeltjes en aan het einde zeer lage aantallen microtracerdeeltjes) wordt die bemonstering anders gedaan. De eerste drie monsters worden continu verzameld in een grote verzamelcontainer. Het eerste monster vertegenwoordigt die bemonsteringstijd van 0 tot 0,5 min, het tweede monster 0,5 tot 1,0 min en het derde monster 1,0 tot 1,5 min van de voederstroom. Uit elk van deze drie verzamelmonsters wordt via monstersplitsing (kwartenmethode) een monster getrokken. De overige monsters worden iedere 0,5 min als steekproeven getrokken. Bij een totale duur van de doorloop van het voeder van 10 min zijn dan 20 monsters verzameld, waarvan de eerste drie verzamelmonsters zijn en de overige 17 individuele monsters. Bij kleinere doorlooptijden moeten de bemonsteringsintervallen dienovereenkomstig worden aangepast.

N. B.: Het is zeer belangrijk dat de monsters zo goed mogelijk verdeeld over de loopduur van de charge worden getrokken, in verband met de representativiteit van de monsters voor de charge als geheel.

7.1.2 Voorbereiding van de monsters

Ieder meel- en korrelmonster wordt gemalen in een hiervoor geschikte molen.

Maal eerst de monsters meel en korrels uit de tweede charge (verslepiingscharge), vervolgens die uit de eerste charge. Zo wordt verzekerd dat de monsters in volgorde van opklimmend microtracergehalte gemalen.

Reinig de molen na ieder monster met behulp van perslucht.

Reinig de molen na iedere groep van 20 monsters zowel met behulp van perslucht als, na demontage van daarvoor in aanmerking komende onderdelen, door schoonborstelen met een niet te zachte kwast. In de molen mag geen versleping van materiaal van de voorgaande groep monsters naar de volgende optreden.

Homogeniseer ieder maassel zo goed mogelijk en breng het vervolgens terug in de oorspronkelijke zak.

7.1.3 Bewaren van analysemonsters

Analysemonsters die niet binnen een week na trekking worden onderzocht, dienen droog te worden opgeslagen.

7.2 Analyse monsters

De monsterverpakking mag in deze periode niet worden geopend (zie 13.2).

Homogeniseer het te onderzoeken mengsel in de monsterzak zo goed mogelijk door roeren met een lepel of spatel.

Uit het te analyseren monster wordt een monster van de gewenste grootte getrokken en onderworpen aan een microtraceraanlyse.

7.3 Archivering

De filters met de kleurpunten van de afzonderlijke microtracerdeeltjes moeten gearchiveerd worden. Een minimale archiveringsperiode van 1 jaar is passend. De filtreervellen zijn echter meer dan 10 jaar houdbaar.

8. BEPALING VAN HET AANTAL MICROTRACERDEELTJES

Door middel van filtreren door een rotatiedetector met een roterende magneet worden de microtracerdeeltjes uit een monster geïsoleerd vanwege hun magnetische eigenschappen. Tegelijk hiermee worden ook andere magnetische deeltjes uitgefilterd. De identificatie van de microtracerdeeltjes vindt plaats door middel van een hieraan hechtende voedingskleurstof, die na behandeling met een ontwikkelaar een chromatografisch effect (=kleurpunt) op een filtreervel veroorzaakt. Om de kleurpunten zichtbaar te maken wordt het filter bevochtigd met de ontwikkelaar, worden de microtracerdeeltjes kwantitatief overgebracht op het filtreervel en wordt de kleurontwikkeling gestopt door het filtreervel aansluitend op een verhitte plaat te leggen.

Andere magnetische deeltjes ontwikkelen geen kleurpunten en worden met een borstel van het filtreervel verwijderd. De op een filtreervel ontwikkelde kleurpunten worden geteld. Het microtracergehalte wordt aangegeven als een aantal deeltjes per g monster.

9. BEWERKING VAN DE UITKOMSTEN

9.1 Afwijkende uitkomsten

Na de toevoeging van het microtracermengsel aan het voer bij de eerste charge zal het microtracergehalte in de eerste getrokken monsters lager zijn dan in de daaropvolgende monsters. Dit wordt veroorzaakt door enige mate van versleping van blanco voer uit de charge voer voorafgaand aan de charge met microtracer.

Bij de monsters van de tweede charge voer wordt een tegengesteld effect gevonden. Nu vertonen de eerste monsters een relatief hoog microtracergehalte als gevolg van versleping van microtracerbevattend voer uit de tweede naar de derde charge. Gewoonlijk is de verdeling van de microtracergehaltes in de monsters van de derde charge aanzienlijk schever dan bij die van de tweede charge. Tevens wordt afgezien van het berekenen van een waarschijnlijkheid voor de homogeniteit en wordt volstaan met het maken van een grafiek van de gemiddelde microtracergehaltes per monster tegen het monsternummer. Voor zover de monsters goed representatief zijn voor de gehele charge d.w.z. goed verdeeld over de totale looptijd getrokken, kan de gemiddelde versleping van microtracer als percentage van het gehalte microtracer in de eerste charge worden berekend.

9.2 De versleping

De versleping van de installatie volgens deze toetsingsprocedure per meetpunt wordt als volgt berekend.

Het gemiddelde microtracergehalte van de analysemonsters uit de tweede charge, gedeeld door het gemiddelde microtracergehalte op basis droge stof van de analysemonsters uit de eerste charge. Door dit getal te vermenigvuldigen met 100 wordt het gemiddelde percentage versleping berekend.

9.3 De test op homogeniteit

Voor de evaluatie worden de volgende statistische gegevens bepaald:

- Gemiddelde aantal deeltjes
- Standaarddeviatie aantal deeltjes
- χ^2 (chi-kwadraat) – waarde
- Waarschijnlijkheid p in % als indicatie voor de homogeniteit
- Terugvindpercentage microtracer in %.

Aan de hand van de bepaalde chi-kwadraat-waarde en het aantal vrijheidsgraden (zie tabel 3) wordt de waarschijnlijkheid bepaald. Er kunnen waarden tussen 0,999 en $< 0,0005$ worden gevonden. De beoordeling van de homogeniteit is per definitie vastgelegd. De waarschijnlijkheid wordt berekend met behulp van een Excel-tabel.

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

Tabel 3: Tabel voor de bepaling van de waarschijnlijkheid, horizontaal: aantal vrijheidsgraden, verticaal: chi-kwadraat-waarden

10. RAPPORTAGE

Van iedere groep analysemonsters voer worden gerapporteerd:

- Voor de berekening van de homogeniteit in de eerste charge mengvoeder het gemiddeld aantal microtracerdeeltjes, in gehele aantallen
- Voor de berekening van de homogeniteit in de eerste charge mengvoeder het aantal vrijheidsgraden van het systeem: Aantal geanalyseerde monsters n-1
- voor de berekening van de homogeniteit in de eerste charge mengvoeder de chi-kwadraat-waarde (berekend uit de variatiecoëfficiënt van de geanalyseerde monsters maal het aantal gegevens gedeeld door het gemiddelde aantal deeltjes in de geanalyseerde monsters)

- d. uit het aantal vrijheidsgraden en de chi-kwadraat-waarde de waarschijnlijkheid in % van de geanalyseerde monsters $[(\text{Chivert (chikwadraat; vrijheidsgraad)} \times 100) \times 100]$
- e. het berekende terugvindpercentage van de microtracerdeeltjes in de eerste charge voer in relatie tot het aantal microtracerdeeltjes in het toegevoegde microtracermengsel
- f. De berekende versleping in de installatie uit het aantal microtracerdeeltjes in de tweede charge voer in relatie tot het aantal microtracerdeeltjes in de eerste charge

11. BEOORDELING VAN DE UITKOMSTEN

Homogeniteit van het materiaal

De berekende waarschijnlijkheid in % is een maatstaf voor de homogeniteit van het betrokken meelmengsel of de korrels waaruit de monsters zijn getrokken. De waarschijnlijkheid geeft aan hoe waarschijnlijk het is dat het onderzochte mengsel overeenkomt met een perfect mengsel.

Wanneer de in het onderzoek gevonden waarde met een waarschijnlijkheid van meer dan 5 % (0,05) identiek is met een "perfect mengsel", dan kan er op grond van de waarschijnlijkheidsrekening van worden uitgegaan dat er sprake is van een "perfect mengsel".

Wanneer de in het onderzoek gevonden waarde met een waarschijnlijkheid tussen 1% en 5% (0,01-0,05) identiek is met een "perfect mengsel", dan kan er op grond van de waarschijnlijkheidsrekening van worden uitgegaan dat er sprake is van een "waarschijnlijk significante afwijking van een perfect mengsel". Het betreft hier een grensgeval waarover geen eenduidige statistische uitspraak kan worden gedaan. De test moet herhaald worden.

Wanneer de in het onderzoek gevonden waarde met een waarschijnlijkheid van minder dan 1% identiek is met een "perfect mengsel", dan kan er op grond van de waarschijnlijkheidsberekening van worden uitgegaan dat er sprake is van een "waarschijnlijk significante afwijking van een perfect mengsel".

Een kerneigenschap van de poisson-verdeling is dat wanneer sprake is van een "perfect mengsel", de standaarddeviatie van een testreeks (gemiddeld) gelijk moet zijn aan de vierkantswortel van het gemiddelde.

Hierna worden twee voorbeelden gegeven voor de berekening van een homogeen en een inhomogeen mengsel.

Voorbeeld 1: Homogeen mengsel

Monster-nummer	Aantal deeltjes, geteld, x	Gemiddelde m	Verskil $x_n - d_n$	Kwadraat van verschil d_n^2
1	47	50	3	9
2	53	50	3	9
3	45	50	5	25
4	55	50	5	25
5	50	50	0	0
Gemiddelde $x=50$			Som $d_n^2=S=68$	

Tabel 4: Voorbeeld van de berekening voor een homogeen mengsel

Aantal monsters: $n=5$
 Chi-kwadraat-waarde χ^2 : $S: x = 1$ ($68: 50 = 1,4$)
 Tabelwaarden uit tabel 3:
 horizontaal: $n - 1 = 4$
 verticaal: 1
 berekende waarschijnlijkheid: $0,910$
 berekende waarschijnlijkheid in %: $91,0\%$

Resultaat: De berekende waarschijnlijkheid is groter dan 5 %; er is dus sprake van een homogeen mengsel.

Voorbeeld 2: Inhomogeen mengsel

Monster-nummer	Aantal deeltjes, geteld, x	Gemiddelde m	Verschil $x_n - d_n$	Kwadraat van verschil d_n^2
1	43	53	10	100
2	57	53	4	16
3	70	53	17	289
4	35	53	18	324
5	61	53	8	64
Gemiddelde $x=53$			Som $d_n^2=S=793$	

Tabel 5: Voorbeeld van de berekening voor een inhomogeen mengsel

Aantal monsters: $n=5$
 Chi-kwadraat-waarde χ^2 : $S: x = 15$ ($793: 53 = 15$)
 Tabelwaarden uit tabel 3:
 horizontaal: $n - 1 = 4$
 verticaal: 15
 berekende waarschijnlijkheid: $0,005$
 berekende waarschijnlijkheid in %: $0,5\%$

Resultaat: De berekende waarschijnlijkheid is kleiner dan 1 %; er is dus sprake van een inhomogeen mengsel.

12. OPMERKINGEN

12.1 Eerste monsternamepunt

Na de dosering van de verschillende componenten is een voedermengsel niet homogeen. Ook na de vermaling van de grondstoffen in de hamermolen is dit maar ten dele het geval. Vaak worden fijnere grondstoffen om de hamermolen heen geleid en rechtstreeks naar de menger gevoerd. In de menger mag men dan ook voor het eerst een homogeen voedermengsel verwachten. Monstername direkt uit de menger is moeilijk en kan gevaarlijk zijn en wordt sterk ontraden. Daarom dient de monstername na de menger te worden gedaan. In de meeste bedrijven zal dit de uitstroom van de bunker onder de menger zijn.

12.2 Opslag van de monsters

Monsters die niet op korte termijn kunnen worden onderzocht, behoren in een droge ruimte te worden opgeslagen om voldoende free-flowing te blijven voor het onderzoek.

13. VEILIGHEID

De toetsingsprocedure wordt in de meeste gevallen uitgevoerd onder praktijkomstandigheden in een mengvoederbedrijf.

Voor hen die de toetsingsprocedure in een mengvoederbedrijf zullen uitvoeren gelden de navolgende veiligheidsregels:

- a. de uitvoerenden stellen zich voor aanvang van de uitvoeringswerkzaamheden op de hoogte van de in het mengvoederbedrijf geldende veiligheidsvoorschriften;
- b. tijdens het verblijf op het mengvoederbedrijf zijn de uitvoerenden gehouden de veiligheidsvoorschriften van het mengvoederbedrijf op te volgen;

14. VERWERKING VAN MICROTRACERHOUDEND MENGVOEDER

Geen bijzondere voorschriften.

16. LITERATUUR

1. The use of Microtracers to determine Completeness of Mix

Het gebruik van microtracers voor de bepaling van de homogeniteit van mengsels
David A. Eisenberg, President of Micro Tracers, Inc. of San Francisco

2. Mix with Confidence

Veilig mengen

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

5.8 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van microtracers middels weging

1. TOEPASSINGSGEBIED

Zie 2.6 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van microtracers

2. DEFINITIES

Productie-installatie: Onder een productie-installatie wordt verstaan een installatie die geschikt is voor de bereiding van mengvoeders.

Microtracermengsel: Voor het testen van een mengvoeder bevat het microtracermengsel 4 kg voederkalk of tarwegries en 500 g microtracer. Er wordt dus 500 g microtracer vermengd met 1 ton mengvoeder, hetgeen overeenkomt met een mengnauwkeurigheid van 1 : 2000.

3. PRINCIPE

Als meetstof wordt de zogenaamde RF-microtracer (elementaire ijzerdeeltjes) gebruikt. Met een gemiddeld aantal deeltjes van 1.000.000 per gram. Bij de microtracer-deeltjes gaat het om een deeltjesverdeling; het gemiddelde aantal deeltjes varieert afhankelijk van de microtracer-charge. Om het desbetreffende aantal deeltjes in de proef vast te stellen wordt een microtracermengsel geproduceerd waarin het gemiddelde aantal deeltjes van de gebruikte microtracer exact bepaald wordt.

Het aantal deeltjes microtracer in de genomen monsters wordt bepaald door de microtracerdeeltjes van de overige voederdeeltjes te scheiden met behulp van een rotatiedetector. Het monster dient hiertoe tweemaal over de rotatiedetector geleid te worden.

Als het monster de magneet is gepasseerd, wordt met een kwastje het overtollige product van het filter geveegd, doe dit nauwkeurig en met draaiende magneet. Haal het filter van de magneet en breng de microtracer over in een getarreed koperen weegschuitje en weeg terug.

NB 1: Om te corrigeren voor "fabrieksijzer" worden tenminste drie blanco monsters gemeten. In de uiteindelijke berekening dient gecorrigeerd te worden voor het gemiddelde van de blanco bepalingen.

NB 2: bij toevoeging van het microtracermengsel dient 500 gram/ ton toegevoegd te worden. De monstergrootte dient 300-500 gram te zijn.

4. APPARATUUR EN HULPMIDDELEN

Zie 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van microtracers

5. BENODIGDE BEDRIJFSGEGEVENS

Zie 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van microtracers

6. TOEVOEGEN VAN HET MICROTRACERMENGSEL

Zie 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van micro-tracers

7. TREKKEN EN BEHANDELEN VAN MONSTERS

Zie 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van micro-tracers

8. BEPALING VAN HET AANTAL MICROTRACERDEELTJES

Door middel van het tweemaal filtreren middels een rotatiedetector met een roterende magneet worden de microtracerdeeltjes uit een monster geïsoleerd vanwege hun magnetische eigenschappen. Tegelijk hiermee worden ook andere magnetische deeltjes uitgefilterd.

De identificatie van de microtracerdeeltjes vindt plaats door middel van weging.

NB 1: Om te corrigeren voor “fabrieksijzer” worden tenminste drie blanco monsters gemeten. In de uiteindelijke berekening dient gecorrigeerd te worden voor het gemiddelde van de blanco bepalingen.

NB 2: bij toevoeging van het microtracer mengsel dient 500 gram/ ton toegevoegd te worden. De monstergrootte dient 300-500 gram te zijn.

9. BEWERKING VAN DE UITKOMSTEN

Zie 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van micro-tracers

10. RAPPORTAGE

Zie 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van micro-tracers

11. BEOORDELING VAN DE UITKOMSTEN

Zie 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van micro-tracers

12. OPMERKINGEN

Zie 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van micro-tracers

13. VEILIGHEID

Zie 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van micro-tracers

14. VERWERKING VAN MICROTRACERHOUDEND MENGVOEDER

Zie 5.7 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping met behulp van micro-tracers

5.9 Toetsingsprocedure voor het meten van versleping bij diervoederbereiding met behulp van methylviolet

Deze tekst zal later worden toegevoegd

6 METHODES VOOR HET METEN VAN DE HOMOGENITEIT VAN DROGE MENGSELS ²

6.1 Introductie

De deelnemer mengt voedermiddelen, toevoegingsmiddelen en diergeneesmiddelen uniform met het diervoeder in overeenstemming met de voorwaarden in GMP+ B1 *Productie, Handel en Diensten*. Het meten van de homogeniteit van mengsels is in overeenstemming met de protocollen die uiteen zijn gezet in dit deel van de appendix.

6.2 Frequentie

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

- Bij het eerste gebruik van de installatie.
- Bij iedere significante wijziging aan de installatie.
- Iedere vier jaar

worden uitgevoerd.

6.3 Meten van homogeniteit

6.3.1 Algemeen

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

6.3.2 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 waarschijnlijkheid (probability, p). De toepassing van deze methoden moet in overeenstemming zijn met de beschrijving van de methode in hoofdstuk 5 hierboven.

² Droog mengvoeder of droge voormengsels. Mengsels van vloeibaar diervoeder, emulsies, suspensies, vallen niet onder de scope.

Toelichting

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

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

Analytical results:

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

Statistical Evaluation:

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

Mixing uniformity:
Mixing is excellent.

Table 1: Definitions for Mixing Uniformity

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

6.3.3 Indirecte methoden

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

- Methode met tracer Microtracer RF Lake Blue
- Methode met kobalt
- Methode met tracer bestaande uit een toevoegingsmiddel (Salinomycine)
- 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 methodes moet in overeenstemming zijn met de beschrijvingen in hoofdstuk 5.

6.4 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 de GMP+ deelnemer:

- De waarschijnlijke oorzaak/oorzaken rapporteren
- Correctieve maatregelen uitvoeren
- Een nieuwe homogeniteitstest uitvoeren om te controleren of de genomen maatregelen hebben geleid tot een goede homogeniteit.

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

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.