

WERYFIKACJA ZWARTOŚCI SKŁADNIKÓW MINERALNYCH W MIESZANKACH PASZOWYCH

Sławomir Walczyński

Instytut Zootechniki – Państwowy Instytut Badawczy, Krajowe Laboratorium Pasz

Streszczenie. W pracy przedstawiono wyniki badań kompetencji urzędowych laboratoriów w zakresie oceny stopnia wymieszania makro- i mikroskładników w produktach paszowych. Wszystkie laboratoria potwierdziły odpowiednią homogeniczność mieszanek paszowych zgodną z wymaganiami. Dysponując danymi uzyskanymi od 11 uczestników potwierdzono także zgodność wyników cynku, miedzi i wapnia w badanych mieszankach z deklaracją producenta w zakresie 50-400 mg·kg⁻¹ dla cynku; 13-55 mg·kg⁻¹ dla miedzi oraz 8-35 g·kg⁻¹ dla wapnia. W przypadku analizy wapnia w mieszance nr 1 deklarowana zawartość była niższa o 17% w porównaniu do średniej wartości obliczonej z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria.

Słowa kluczowe: mieszanka paszowa, badanie biegłości, składnik mineralny

Wprowadzenie

Producenci pasz deklarują zawartość składników pokarmowych w mieszankach zgodnie z obowiązującymi przepisami [Rozporządzenie MRiRW 2007]. Parametry te są weryfikowane podczas urzędowej kontroli przez laboratoria Zakładów Higieny Weterynaryjnej (ZHW) właściwe dla danego obszaru kraju.

Instytut Zootechniki-PIB Krajowe Laboratorium Pasz w Lublinie (IZ-PIB KLP) organizuje od 2005 r. badania biegłości w zakresie oceny stopnia wymieszania produktów paszowych na podstawie analizy zawartości chlorków i wapnia, a w 2008 roku dodatkowo cynku i miedzi. Przeprowadzane badania mają na celu potwierdzenie kompetencji laboratoriów ZHW do oceny homogeniczności produktów paszowych na potrzeby urzędowego nadzoru. Są jednym z zadań realizowanych przez KLP jako laboratorium referencyjnego. Dysponując danymi uzyskanymi z 10 upoważnionych laboratoriów oraz laboratorium IZ-PIB KLP przeprowadzono weryfikację zawartości składników mineralnych deklarowanych przez producenta, jak również dokonano oceny jakości pracy laboratoriów.

Cel pracy

Celem pracy była weryfikacja zawartości składników mineralnych deklarowanych przez producenta pasz na podstawie wyników badania biegłości upoważnionych laboratoriów urzędowych w zakresie oceny homogeniczności mieszanek paszowych.

Metodyka badań

Do badań wybrano 3 mieszanki paszowe zakupione bezpośrednio od producenta:

1. Mieszanka nr 1 – mieszanka uzupełniająca dla loch i prosiąt (sypka),
2. Mieszanka nr 2 – mieszanka pełnoporcjowa dla kurzych niosek w hodowli przyzagrodowej (sypka),
3. Mieszanka nr 3 – mieszanka pełnoporcjowa dla kurcząt hodowlanych od 8 do 18 tygodnia (kruszonka).

Z badanej partii mieszanki wybierano próbę reprezentatywną, składającą się z 5 worków o masie 50 kg każdy. Następnie z każdego worka pobrano 11 próbek pierwotnych po 250 g uzyskując 11 próbek seryjnych składających się z 5 próbek pierwotnych [Boss 1987; Grochowicz 1996; Instrukcja 2005; Rozporządzenie 2009]. Próbki seryjne wysyłano do 10 upoważnionych laboratoriów urzędowych, podając wielkości odważki analitycznej dla każdego badanego parametru. Badania wykonano również w IZ-PIB KLP, które jest laboratorium referencyjnym. Uczestnicy wykonywali badania homogeniczności poprzez analizę zawartości cynku, miedzi i wapnia. Przekazywali pojedyncze wyniki badań, wartość średnią, odchylenie standardowe i współczynnik zmienności wyników dla 5 próbek pierwotnych.

Badania biegłości w zakresie oznaczania stopnia wymieszania makro- i mikroskładników zorganizowano według zaleceń przewodnika ISO/IEC 43-1:1997, przy wykorzystaniu schematu badań biegłości FAPAS [PN-EN ISO/IEC 17025:2005; Przewodnik ISO/IEC 43-1:1997 2002].

Statystyczne opracowanie wyników: sposób wyznaczenia wartości przypisanej, obliczenia statystyczne, ocenę wyników badań przeprowadzono zgodnie z Przewodnikiem ISO/IEC 43-1: Badanie biegłości poprzez porównania międzylaboratoryjne [Przewodnik ISO/IEC 43-1:1997 2002].

Wartość przypisaną X określono na podstawie wyników badań laboratoriów uczestniczących. Zastosowano następujące postępowanie:

- usunięcie wartości odbiegających (wyliminowanie błędów grubych przy użyciu testu Grubbsa),
- obliczenie średniej wyników po usunięciu wartości odbiegających,
- obliczenie odchylenia standardowego,
- obliczenie wskaźnika z (z -score).

Wskaźniki z uczestników obliczane były na podstawie równania:

$$z = \frac{(x - X)}{s} \quad (1)$$

gdzie:

- x – wynik uczestnika
- X – wartość średnia po usunięciu wyników odbiegających,
- s – odchylenie standardowe (obliczone na podstawie wyników badań)

Przyjęto następujące kryteria oceny wskaźników z :

- $|z| \leq 2$ wynik badania zadowalający,
- $2 < |z| < 3$ wynik badania wątpliwy,
- $|z| \geq 3$ wynik badania niezadowalający.

Deklarowane zawartości cynku, miedzi i wapnia uzyskano z etykiet załączonych do badanych mieszanek oraz bezpośrednio od producenta.

Wyniki badań i analiza

Wszystkie przesłane wyniki analiz, na podstawie których szacowano homogeniczność mieszanek spełniały kryterium $CV \leq 10\%$ będące akceptowaną wartością stopnia wymieszania według Instrukcji Głównego Lekarza Weterynarii [Instrukcja 2005] oraz danych literaturowych [McElhiney 1994]. Świadczyło to zarówno o poprawnie prowadzonym procesie technologicznym w odniesieniu do ocenianych mieszanek, jak również wysokiej jakości i rzetelności prac wykonywanych przez laboratorium.

Przykładowy formularz sprawozdawczy z badań przesłany przez wybranego uczestnika dla mieszanki nr 1 zamieszczono w tab. 1.

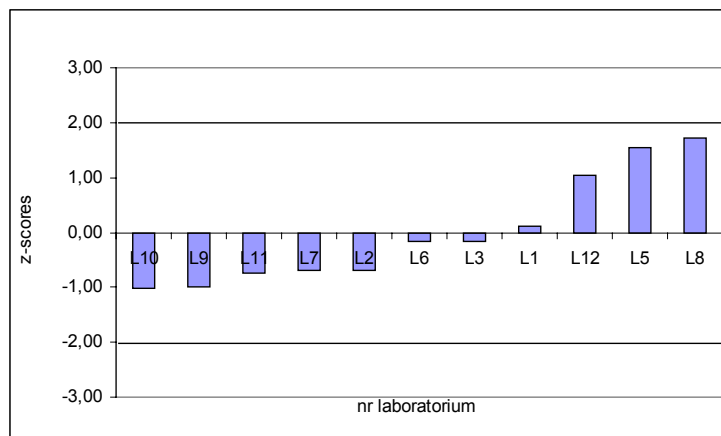
Na rys. 1 przedstawiono opracowanie przykładowych danych otrzymanych od uczestników badania dla zawartości wapnia jako składnika kluczowego charakteryzującego wymieszanie mieszanki. Wartości współczynnika CV zawierały się w granicach od 2,96% do 5,19%, przy wartości przypisanej równej 4,15% i odchyleniu standardowym $SD=1,95$. Test Grubbsa nie odrzucił żadnego wyniku jako wartości nietypowej. Ocena wyników badania była zadowalająca, gdyż obliczone indywidualne wskaźniki z dla każdego uczestnika zawierały się w przedziale $|z| \leq 2$.

Tabela 1. Wyniki badań wybranego laboratorium dla mieszanki nr 1

Table 1. Test results for a selected laboratory for mix no. 1

Próbka pierwotna	Analiza	Wynik 1	Wynik 2	Wartość średnia	Wartość średnia 1-5	SD	CV [%]
1 2 3 4 5	Cynk, [mg·kg ⁻¹]	432,42 434,07 427,94 448,37 467,18	449,17 452,32 457,57 451,76 480,46	440,80 443,20 442,76 450,07 473,82	450,13	13,70	3,04
1 2 3 4 5	Miedź, [mg·kg ⁻¹]	86,55 84,30 89,54 91,12 100,14	90,61 87,72 92,30 94,63 95,06	88,58 86,01 90,92 92,88 97,60	91,20	4,41	4,83
1 2 3 4 5	Wapń, [g·kg ⁻¹]	30,95 32,90 32,64 31,93 34,18	32,21 33,61 32,14 30,95 34,44	31,58 33,26 32,39 31,44 34,31	32,60	1,22	3,69

Źródło: Walczyński 2008



Liczba laboratoriów 11; wyniki zadowalające 11
Number of laboratories 11; satisfactory results 11

Rys. 1. Indywidualny wskaźnik z charakteryzujący uzyskane wyniki dla CV wapnia w mieszance paszowej nr 1 [Walczyński 2008]

Fig. 1. Individual index z characterising obtained results for calcium CV in feed mix no. 1

Porównanie wybranych deklarowanych składników pokarmowych z wynikami uzyskanymi z 11 laboratoriów przedstawiono w tabeli 2.

Tabela 2. Wybrane deklarowane składniki pokarmowe – zestawienie wyników analiz 11 uczestników badania

Table 2. Selected declared nutrients – comparison of results for the analyses of 11 participants of the research

Mieszanka	Analizowany składnik/ deklaracja [min]	Wartość średnia	Wartość max	Wartość min	SD	CV [%]
Nr 1	Zn/ 400,0 mg·kg ⁻¹	446,88	480,90	420,17	20,70	6,81
	Cu/ 55,0 mg·kg ⁻¹	99,74	113,36	91,00	6,88	8,33
	Ca/ 40 g·kg ⁻¹	33,22	39,70	29,07	2,81	8,48
Nr 2	Zn/ 50,0 mg·kg ⁻¹	93,70	102,10	82,70	7,82	8,07
	Cu/ 13,0 mg·kg ⁻¹	14,81	21,52	12,50	2,62	20,56
	Ca/ 35 g·kg ⁻¹	37,73	45,40	34,70	3,18	8,75
Nr 3	Zn/ 70 mg·kg ⁻¹	124,54	131,01	113,00	6,10	4,90
	Cu/ 13,0 mg·kg ⁻¹	21,95	27,59	18,44	3,51	16,01
	Ca/ 8 g·kg ⁻¹	10,62	11,36	10,16	0,43	4,09

Źródło: obliczenia własne autora

Współczynnik CV charakteryzujący zmienność wartości średnich wyników analiz tej samej próbki seryjnej pomiędzy laboratoriami zawierał się w granicach od 4,09% (Ca) do 20,56% (Cu). Deklarowane przez producenta minimalne zawartości cynku i miedzi doty-

czyły dodatków tych pierwiastków w postaci siarczanu miedzi i tlenku cynku. Wartości oznaczone były wyższe ze względu na obecność tych pierwiastków w składnikach, ale nie przekraczały poziomów dopuszczonych przez odpowiednie przepisy [Rozporządzenie MRiRW 2007].

W przypadku analizy wapnia w mieszance nr 1 deklarowana zawartość ($40 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$) była niższa o 17% w porównaniu do średniej wartości obliczonej z wyników uzyskanych przez wszystkie laboratoria. Uwzględniając tolerancję dopuszczoną przez przepisy na poziomie 15% [Rozporządzenie MRiRW 2007], tylko 4 (na 11 laboratoriów) mogłoby potwierdzić deklarowaną przez producenta zawartość wapnia w mieszance paszowej.

Podsumowanie

1. Poprawnie przeprowadzony proces technologiczny ocenianych mieszanek, przygotowanie badań, oraz wysoka jakość i rzetelność pracy wykonanej przez laboratoria wpłynęła na uzyskanie akceptowanej wartości stopnia wymieszania ($\text{CV} \leq 10\%$), przez wszystkich uczestników.
2. Upoważnione laboratoria uczestniczące potwierdziły swoje kompetencje w zakresie badania stopnia wymieszania mieszanek paszowych na podstawie analizy wapnia, cynku i miedzi. Tym samym mogą przeprowadzać badania homogeniczności w ramach urzędowej kontroli pasz w Polsce. Wyniki badań są raportowane w sprawozdaniu z realizacji nadzoru nad paszami, które corocznie nasz kraj przedstawia Komisji Unii Europejskiej.
3. Właściwe dozowanie i wymieszanie mikroelementowych składników mineralnych zapewniło zgodność wyników analiz z deklaracjami producenta odnośnie ich poziomów w produktach przeznaczonych do sprzedaży.

Bibliografia

- Boss J.** 1987. Mieszanie materiałów ziarnistych. PWN. Warszawa.
- Grochowicz J.** 1996. Technologia produkcji mieszanek paszowych. PWRiL. Warszawa. ISBN 83-09-01656-5.
- McElhiney R.R.** 1994. Feed manufacturing technology IV. AFAMA. Inc. Arlington.
- Walczyński S.** 2008. Sprawozdanie z realizacji zadań laboratorium referencyjnego w 2008 r. Organizacja badań biegłości w zakresie stopnia wymieszania makro- i mikroskładników. IZ-PIB KLP. Lublin.
- PN-EN ISO/IEC 17025:2005. Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
- Przewodnik ISO/IEC 43 – 1:1997. 2004. Badania biegłości poprzez porównania międzylaboratoryjne. Część 1. Projektowanie i realizacja programów badania biegłości. PKN. Warszawa.
- FAPAS. 2002. Protocol for the Food Analysis Performance Assessment Scheme. Organization and Analysis of Data. Sixth Edition.
- Instrukcja. 2005. Ocena homogeniczności mieszanek paszowych na podstawie badania stopnia wymieszania składnika kluczowego. Instrukcja Głównego Lekarza Weterynarii. IZ-PIB KLP. Lublin

Rozporządzenie Ministra Rolnictwa i Rozwoju Wsi z dnia 24 stycznia 2007 r. w sprawie limitów tolerancji zawartości składników pokarmowych i dodatków paszowych (Dz.U. 2007 nr 20 poz. 120).

ROZPORZĄDZENIE KOMISJI (WE) nr 152/2009 z dnia 27 stycznia 2009 r. ustanawiające metody pobierania próbek i dokonywania analiz do celów urzędowej kontroli pasz (Dz.U. L 54, zał. I z 26.02.2009 r.)

Praca wykonana w ramach działalności referencyjnej w latach 2008-2009

VERIFICATION OF MINERAL INGREDIENTS CONTENT IN FEED MIXES

Abstract. The work presents the results of competency testing for official laboratories as regards evaluating the degree of intermixing macro- and microingredients in feed products. All laboratories confirmed proper homogeneity of feed mixes, consistent with applicable requirements. On the basis of data acquired from 11 participants, the researchers also confirmed conformity of the results obtained for zinc, copper and calcium in the examined mixes with manufacturer's declaration within range: 50-400 mg·kg⁻¹ for zinc; 13-55 mg·kg⁻¹ for copper, and 8-35 g·kg⁻¹ for calcium. In case of calcium analysis in mix no. 1, declared content was 17% lower compared to mean value calculated using the results obtained by all laboratories.

Key words: feed mix, proficiency testing, mineral ingredient

Adres do korespondencji:

Sławomir Walczyński; e-mail: swalczynski@clpp.lublin.pl
Instytut Zootechniki-PIB
Krajowe Laboratorium Pasz
ul. Chmielna 2
20-079 Lublin