

# Simultane Verschleppungsanalyse mit Microtracern von verschiedenen Zugabeorten in den Mischer

Dr. Sabine Artelt, Langerwehe

Die Bestimmung der Mischgenauigkeit und des Verschleppungsgrades mittels Microtracern ist ein akzeptierter Standard zur Qualitätskontrolle in der Herstellung von Vormischungen und Futtermitteln.

Dieser Beitrag beschreibt die Möglichkeit, die Homogenität einer Mischung in einer Charge in Abhängigkeit nach unterschiedlichen Zugabeorten in den Mischer während der Produktion zu überprüfen. Neben der Ermittlung von Inhomogenitäten bei unterschiedlichen Zugabemöglichkeiten wird simultan auch der tatsächliche Verschleppungsgrad für jeden der Zugabeorte ermittelt.

## Einleitung

Hersteller von Vormischungen und Futtermitteln produzieren ihre Erzeugnisse konsekutiv nacheinander. Eine gute Mischqualität sowie eine geringe Verschleppung von einer Produktionscharge in die nächste sind daher notwendige Voraussetzungen für die Einhaltung eines guten Qualitätsstandards.

Die Zugabe von Futtermittelkomponenten in einen Mischer kann von verschiedenen Orten her erfolgen, z. B. durch Handzugabe oder Mikrodosierungen.

Die Ermittlung der Mischgenauigkeit in Futtermitteln ist aus wirtschaftlicher und auch ethischer Sicht erforderlich, um zu vermeiden, dass das hergestellte Futter zu viel oder zu wenig der formulierten Komponenten enthält. Von Behörden wird gemäß EU-Futtermittelhygiene-Verordnung 183/2005 gefordert, die Verschleppung von Einzelkomponenten von einer Charge in die nächste gering zu halten, um Tiere vor gesundheitlichen Komplikationen zu schützen.

Es wird daher eine verlässliche und akkurate, aber auch schnelle und praktische Methode benötigt, um die Homogenität und den Verschleppungsgrad zu bestimmen.

Die Microtracer-Analyse wird in mehr als 100 Ländern, darunter Brasilien, die EU, Japan, Mexiko und die USA, durchgeführt. Seit 2006 ist sie im niederländischen Standard GMP+ sowie im belgischen Qualitätssicherungssystem Ovocom integriert und wird von über 50 nationalen und internationalen Behörden anerkannt.

Die von MTSE (Micro Tracer Services Europe GmbH) durchgeführte Analyse liefert zuverlässige, genaue Ergebnisse mit einer Analytik, die vor Ort oder im MTSE-Labor durchgeführt werden kann. Die Microtracer-Partikel bestehen aus Eisenteilchen gleicher Größe, die mit international zugelassenen Lebensmittelfarben überzogen sind. Der hier verwendete „Microtracer FSS-lake“ ist ein Tracer mit einer mittleren Partikelgröße von 100 µm, beschichtet mit wasserunlöslichen „lake“-Farben. Die Methode ist für die regelmäßige Anwendung geeignet, weil sie den Produktionsprozess nicht beeinflusst. Da die Partikel inklusive ihrer Lebensmittelfarbstoffe nicht giftig sind, können die Testchargen ausnahmslos weiterverwendet werden.

Der simultane Einsatz von Microtracern in verschiedenen Farben ermöglicht die Differenzierung von Mischzeiten innerhalb einer Produktionscharge. Dieser Bericht zeigt auf, welche Vorteile dadurch entstehen, dass drei verschieden farbige Microtracer an drei unterschiedlichen Zugabeorten in den Mischer eingesetzt wurden.

## Microtracer-Methode zur Analyse der Mischgenauigkeit und Verschleppung

Die Microtracer werden als homogene Vormischung in einer Dosierung von 10 g pro t Futter (Mischgenauigkeit 1 : 100000)

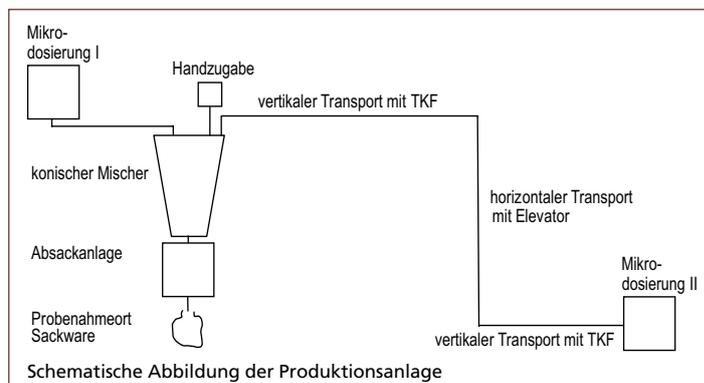
in 4 kg Futterkalk der Produktion zugefügt. Es werden zwei Chargen analysiert: die erste auf Homogenität, die zweite ohne Microtracer-Zugabe auf Verschleppung.

Für den vorliegenden Bericht wurde eine Produktionslinie mit einem konischen Mischer der Bauart „Nauta“ untersucht. In der Abbildung ist eine Übersicht des Mixers und der diversen Transportsysteme dargestellt. Die Zugabeorte für die drei Microtracer sind gekennzeichnet:

- Mikrodosierung I – „FSS rot lake“
- Mikrodosierung II – „FSS grün lake“
- Handzugabe – „FSS blau lake“

Zugabezeit in den Mischer:

- Mikrodosierung I
- Mikrodosierung II und Handzugabe kurz aufeinanderfolgend



In dem hier vorgestellten Beispiel wurden 14 Proben aus den Säcken der Charge 1 zur Mischhomogenitäts-Bestimmung und 19 Proben aus den Säcken der Charge 2 zur Verschleppungsanalyse entnommen.

Für die Analytik wurden die Microtracer-Partikel mit einem „Rotationsdetektor®“ von der Futterprobe getrennt. Die Lebensmittelfarbe auf jedem Partikel wurde anschließend mit einer Entwicklungslösung chromatografisch auf Filterpapier sichtbar gemacht; anschließend wurden die farbigen Partikel mit der computergesteuerten „TraCo®-Software“ gezählt. Die Auswertung erfolgte nach den Grundlagen der Poisson-Verteilung für die Zählung einzelner, voneinander unabhängiger Ereignisse (hier: Partikel). Allgemein gelten die folgenden Kriterien zur Bestimmung der Homogenität für die so ermittelte Wahrscheinlichkeit (p):  $p > 25\%$  – exzellente Mischung;  $5\% < p < 25\%$  – gute Mischung;  $1\% < p < 5\%$  – akzeptable Mischung;  $p < 1\%$  – inhomogene Mischung nach Definition GMP plus Qualitätssicherungssystem.

## Ergebnisse der Analysen

Unter den beschriebenen Testbedingungen erreichte Charge 1 eine gute bzw. exzellente Mischung für die Zugabepunkte Mikrodosierung I und Handzugabe. Die erste Prüfcharge im Mischer erreichte keine Mischgenauigkeit von 1 : 100000 bei dem Zugabeort Mikrodosierung II (Wahrscheinlichkeit 0%, entspricht einer inhomogenen Mischung).

Die Verschleppungsrate von der Handzugabe in die Sackware wurde mit 5,4% ermittelt. Der gemessene Wert für die Verschleppung von der Mikrodosierung I in die Sackware betrug

5,9%, während die Verschleppung von der Mikrodosierung II bis in die Sackware einen Grad von 13% aufwies. Aus diesen Werten errechnete sich durch Differenzbildung die Verschleppung von der Mikrodosierung I in den Mischer mit 0,5% und von der Mikrodosierung II in den Mischer mit 7,6%.

Es ist zu beachten, dass der ermittelte Verschleppungsgrad der Mikrodosierung II in Charge 1 nicht aussagekräftig ist, da er durch die inhomogene Mischung an dieser Stelle stark vom tatsächlichen Wert abweichen kann. Tab. 1 und 2 fassen die Ergebnisse der Messungen zusammen.

Zugabeort des Microtracers	Mikro-dosierung I	Handzugabe direkt in Mischer	Mikro-dosierung II
Mischzeit, s	95	95	95
Probenahmeort	Sackware	Sackware	Sackware
Anzahl untersuchter Proben	14	14	14
Einwaage Probe, g	44,1	44,1	44,1
Farbe des Microtracers	rot	blau	grün
Dosierung des Microtracers pro t, g	10	10	10
mittlere Partikelanzahl	159	58	116
Chi-Quadrat-Wert:	21,1	8,78	54,42
Wahrscheinlichkeit, %	7,1	79	0
Wiederfindungsrate, %	93	98	125
Mischgenauigkeit	gut	exzellent	inhomogen

Zugabe des Microtracers in Homogenitätscharge	Mikro-dosierung I	Handzugabe direkt in Mischer	Mikro-dosierung II
Probenahmeort	Sackware	Sackware	Sackware
Anzahl untersuchter Proben	19	19	19
Einwaage Probe, g	1167	1167	1167
Farbe des Microtracers der Homogenitätscharge	rot	blau	grün
Partikelanzahl für 100% Verschleppung	4199	1543	3082
mittlere Partikelanzahl	248	83	416
mittlerer Verschleppungsgrad, %	5,9	5,4	13

### Diskussion der ermittelten Mischgenauigkeiten und Verschleppungen

Die ermittelten Messergebnisse geben Aufschluss über die Mischgenauigkeiten und Verschleppungsraten von Komponenten aus unterschiedlichen Zugabeorten des Mixers der Produktionsanlage.

Um auch für den Zugabeort Mikrodosierung II eine homogene Mischung zu erreichen, müssen die Mischparameter des Mixers optimiert werden. Im hier vorliegenden Fall war es erforderlich, die Förderung von a nach b zu kontrollieren. Aufgrund des langen Förderweges der Mikrokomponenten der Mikrodosierung II und des Zeitpunktes der Zugabe in den Mischer wurde keine homogene Mischung produziert. Die Komponenten der Mikrodosierung II wurden als Letzte in den Mischer gefördert. Deshalb reichte die sich sofort anschließende Mischzeit von 95 s nicht aus, um eine homogene Mischung zu erreichen. Die Mischzeit musste somit verlängert werden.

Als Konsequenz der ermittelten Verschleppungsgrade sollte die Produktionsstraße genau überprüft werden, um problematische Förderpunkte zu identifizieren, welche für die Rückhaltung bzw. das Nicht-Vermischen von Einzelkomponenten verantwortlich sind.

Anhand dieser ermittelten Problemstellen kann der Produzent Maßnahmen zur Verbesserung ergreifen, wie beispielsweise:

- regelmäßige Identifizierung von CCPs (Critical Control Points) mittels Einrichtung entsprechender Überwachungsverfahren an diesen kritischen Kontrollpunkten

- Einführung von Spülchargen (mit eventuellen wirtschaftlichen Einbußen wegen getrennter Durchführung und Lagerung der Chargen)
- bauliche Veränderungen (z. B. Austausch der durch Verschleiß abgenutzten Komponenten, besonders bei Förderelementen; Verkürzung von Förderstrecken; Installation neuer Elemente)

### Ausblick

Zur Bestimmung der Mischgenauigkeit und des Verschleppungsgrades werden verlässliche analytische Methoden wie die Microtracer-Analyse immer häufiger genutzt, weil sie einfach, günstig und schnell durchzuführen sind. Wie im vorliegenden Beispiel dargestellt, können die Microtracer, in verschiedenen Farben eingesetzt, Verschleppungsrisiken in einer Produktionsanlage aufzeigen.

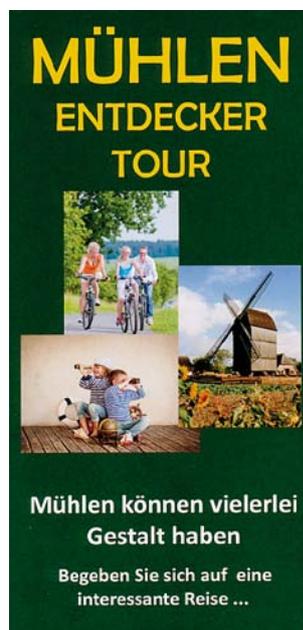
Alle Unternehmen, die sich jetzt und in Zukunft mit der Produktion und Verarbeitung von Futter- und Lebensmitteln beschäftigen, folgen zur Qualitätssicherung dem HACCP-Konzept, das die regelmäßige Überprüfung kritischer Kontrollpunkte einer Produktionsanlage vorsieht. Diese kritischen Kontrollpunkte können mit dem Microtracer-Verfahren schnell und genau identifiziert werden.

## Neue Bücher – für Sie gelesen

### Mecklenburg-Vorpommern: Interessante Mühlen-Entdecker-Tour

Eine Windmühle, eine Ölmühle, eine Salzmühle und eine Senfmühle – diese unterschiedlichen „Mühlen-Gestalten“ können in Mecklenburg-Vorpommern, im Umland des bekannten Urlaubs-

ziels Fischland-Darß-Zingst entdeckt werden. Ein Flyer weist den Touristen den Weg zu diesen interessanten Zielen.



Die historische *Windmühle* in Klockenhagen wurde 1795 gebaut und bis 1950 noch betrieben. Bei einem Rundgang im Freilichtmuseum kann man in Ruhe erleben, wie das Leben damals war. Hier wird auch Brot aus Natursauerteig im Ofen gebacken.

In der Ostseemühle in Langenhanshagen werden kaltgepresste Öle und glutenfreie Mehle auf traditionelle Weise hergestellt. Vom Hofladen aus kann man direkt bei der Produktion in der *Ölmühle* zuschauen und im Café gibt es dann Kuchen aus selbst gemahlenem Mehl.

Im Salzreich in Trinwillershagen steht die wohl kleinste Mühle – eine handliche Mühle zum Mahlen von grobem Salz. Dafür sind die Salztürme mit dem 6 m hohen Gradierwerk umso größer. Hier kann man entspannen und salzhaltige Luft inhalieren. Im Laden, der zu der *Salzmühle* gehört, gibt es regionale Natursalzspezialitäten.

In der *Senfmühle* Schlemmin dreht sich die Steinmühle nach historischem Vorbild und vermahlt deutsche Senfsaat zu köstlichen Senfsorten. Im Hofladen können ca. 30 verschiedene Sorten probiert und erworben werden.

Weitere Informationen: [www.freilichtmuseum-klockenhagen.de](http://www.freilichtmuseum-klockenhagen.de), [www.ostseemühle.de](http://www.ostseemühle.de), [www.salzreich.de](http://www.salzreich.de), [www.steinmühlen-senf.de](http://www.steinmühlen-senf.de)

Sm