Homogeensuse test ja selle hindamine

Homogeensus peab tagama, et kõik lisatud komponendid (eriti söödalisandid ja veterinaarravimid ravimsööda või vahetoodete puhul) on kogu segus võrdselt jaotunud ja õiges vahekorras.

Homogeensustesti eesmärk on kontrollida segisti segamise efektiivsust see tähendab segisti võimet tagada mikroelementide, söödalisandite ja veterinaarravimite ühtlane segunemine kogu sööda partiis.

Õiguslik alus

Nõuded segamise täpsusele ja ristsaastumisele on sätestatud söödahügieeni määruse 183/2005 Lisa II jaotise „Rajatised ja seadmed“ punktis 3.

Rajatised ja seadmed

3. Segamis- ja/või tootmistoimingute sooritamiseks kasutatavad ehitised ja vahendid peavad kooskõlas tootja poolt toodete tootmiseks eelnevalt kirjalikult kehtestatud korras läbima asjakohased ning regulaarsed kontrollid:

a) kõik sööda tootmisel kasutatavad kaalud ja mõõteseadmed peavad sobima mõõdetavate kaalude ja mahtude mõõtmiseks ning nende mõõtetäpsust tuleb korrapäraselt kontrollida;

b) kõik sööda tootmisel kasutatavad segurid peavad sobima sööda segamiseks kaaluga ja mahus, mida segatakse, ning ühtlaste segude ja lahuste valmistamiseks. Käitlejad peavad segurite ühtlase segamise võimet tõestama

Lisaks on homogeensuse nõuded sätestatud ka EÜ ravimsööda määruse (EL) 2019/4 artikli 6 lõikes 1, ning Lisa I punktides 1, 3, 4, 5 ja 8.

Artikkel 6:

1. Söödakäitleja, kes toodab ravimsööta või vahetoodet, tagab veterinaarravimi homogeense jaotumise ravimsöödas ja vahetootes.

Lisa I jagu 4:

• Spetsiaalse korrapärase enesekontrolli ja stabiilsusuuringutega tuleb tagada ravimsööda ja vahetoodete vastavus artikli 6 lõike 2 kohaselt sätestatud homogeensuskriteeriumitele, artikli 7 lõike 2 kohaselt sätestatud mitte-sihtsööda toimeainete ristsaastumise piirnormidele ning minimaalsele säilivusajale (jagu 4 punkt 2).

Homogeensust käsitlevad enesekontrollidokumendid

Enesekontrolliplaanis võiks olla kirjeldatud järgmised punktid:

a) sööda peamiste tootmisprotsesside kirjeldus;

b) katsetes kasutatud segamismahu ja segamisaja kirjeldus;

c) homogeensuse katsete sagedus;

d) tootmisprotsessi etapp, kus määratakse homogeensus (segamine, ladustamine jne);

e) kasutatava märgistusaine identifitseerimine;

f) proovivõtuprotseduuri kirjeldus, sealhulgas proovide arv ja suurus, proovivõtukoht, kus võetakse proovid homogeensuse hindamiseks-näidata ka tehnoloogilisel skeemil;

g) homogeensuse suurimate lubatud hälvete eelmääratletud kriteeriumid ja nende põhjendus;

h) tulemuste tõlgendamine;

i) labor, kuhu proovid saadetakse.

Märgistusained – tracers

Märgistusaine on söödale lisatud või selles sisalduv aine/toode, mida mõõdetakse, et teha kindlaks vastavus teatavatele homogeensuse kriteeriumidele.

Märgistusaine valimisel peaks arvestama, et:

• see oleks ohutu sööta käitlevatele töötajatele ja loomadele, kellele sööt on ette nähtud (tuleb arvesse võtta valitud mikroelemendi ohutust loomaliigi jaoks, kaasamise taset, võimalikke kasutuspiiranguid teatud loomade puhul liigid);

• adekvaatse tulemuse saamiseks oleks märgistusaine mitte tolmav;

• seda võib lisada üksi või koos kandjaga (või eelseguna);

• see peaks pärinema ühest allikast. Üldreeglina ei tohiks seda esineda teistes testis kasutatud koostisainetes, et vältida tausta "müra";

• tuleb arvestada, et märgistusaine lisatud kogus on piisavalt suur, et lisatud kogust saab analüütilise meetodiga tuvastada (sisaldus oleks üle analüüsimeetodi mõõtemääramatusest);

• see oleks tootmisprotsessi suhtes stabiilne selle lisamiskoha ja proovivõtukoha vahel.

Kasutada võib märgistusainena söödalisandeid:

a) mikroelemente. Üldiselt on homogeensuse testis kõige sagedamini kasutatavad mikroelemendid koobalt ja mangaan. Samas võib kasutada ka muid mikroelemente. Arvesse tuleb võtta valitud mikroelemendi ohutust loomaliigile, kellele sööt on ette nähtud, kaasamise taset, võimalikke kasutuspiiranguid teatud liikide puhul ja võimalikke riske töötajatele, mis võivad tekkida sööda käitlemisest. sööt, millesse mikroelement on lisatud. Kui mikroelementi lisatakse sööda rohkem kui ühest allikast (nt söödamaterjalidest), võib tulemust mõjutada taustmüra. Sel põhjusel ei soovitata neid tavaliselt ristsaastumise testide jaoks.

b) mikromärgistusained, mis koosnevad metalliosakestest, näiteks elementaarsetest rauaosakestest, mis on kaetud värvainega ja mis saadakse magneteraldamisega, näiteks homogeensuse või ristsaastumise katsete läbiviimiseks. Seda tuleb põhjendada valitud osakeste suurusega.

Võib kasutada ka muid väliseid mikromärgistusaineid, näiteks lubatud värvaineid jne.

Märgistusainet saab mikserisse lisada samal ajal ja samas kohas kui "käsitsi lisatud" vitamiini või veterinaarravimit. Teise võimalusena võib märgistusaine lisada eelseguna ja lisada söödale arvutipõhise mikrokoostisosade lisamissüsteemi kaudu.

Märgistusaine lisamise (mis, kus, millal, kui palju, mitme märgistusaine kasutamine jne) ja segamise (partii suurus, segamise aeg) üksikasjad peaksid olema dokumenteeritud.

NB! Analüütilisi koostisosi, nagu toorproteiin, toorrasv, toortuhk, toorkiud, kaltsium või söödamaterjal, sool jne, ei tohi kunagi kasutada märgistusainetena, kuna need ei kajasta mikroelementide homogeenset jaotumist.

Homogeensuse määramise sagedus

Homogeensuse määramise teste tuleb alati teha uue tegevuse alguses (uue tootmisliini paigaldus) ning tootmistehnika või seadmete märgatavate muutuste, korduvate kõrvalekallete või mittevastavuse korral (ametlik kontroll, klientide kaebused) .

Söödakäitleja peab kindlaks määrama homogeensuse testide sageduse, tuginedes toodete ja läbiviidud tegevusega seotud riskihinnangule, tootmistehnikale ja söödatehases tehtud varasemate kontrollide tulemustele.

Proovide võtmine

Proovivõtumeetod peab olema kirjeldatud enesekontrolliplaanis, sealhulgas välja toodud proovide arv ja suurus, samuti vastav proovivõtukoht (näiteks: sööda segistist väljumisel, tehasest väljumisel jne.)

Proove tuleks võtta segisti väljalaskeavale, väljastuspunktile võimalikult lähedalt ning eelnevalt kindlaksmääratud ja korrapäraste ajavahemike järel kogu segamisperioodi jooksul ning asetada järjestikku nummerdatud proovipakkidesse.

Proove tuleks võtta segust ehk segatud sööda kogus, mis mahub ühe korra mikserisse. Partii võib vastata ühele või mitmele segisti täiele.

Proovi suurus peaks olema laborinõuete täitmiseks piisav.

Sõltumata valitud märgistusainest tuleb proovivõtu sagedust määrates arvesse võtta aega, mis kulub segisti tühjendamiseks. Juhul, kui proovide võtmine toimub tehase väljalaadimisel, tuleks arvestada punkri tühjendamise ajaga, veoauto pealelaadimise aega, sellega, et punkris oli ainult üks segu jne.

Seda saab teha näiteks arvutuste tegemisel, võttes arvesse mitte ainult segisti tühjendamiseks kuluvat aega, vaid ka kogutavate proovide arvu. Näiteks kui segistil kulub kogu segu tühjendamiseks viis minutit ja kui soovite koguda viis proovi, peaksite proovi võtma iga minut.

Valem: Proovivõtu sagedus (ajaperiood "T") = (segisti tühjendusaeg) / (proovide arv + 1)

Mõõtmismeetod (mikroelemendid) ja analüütiliste määramiste arv

Valmistatakse söödasegu, mis sisaldab märgistusainena mikroelemente ja hinnatakse söödapartii koostises olevate mikroelementide sisaldust.

Segistist või sellest välja tulevast söödast kogutakse vähemalt 4 proovi. Tuleb määrata söödale omane niiskusesisaldus ja mikroelemendi sisaldus (nt koobalt või mangaan).

Proovid tuleb võtta segisti väljalaskeavale võimalikult lähedalt ning eelnevalt kindlaksmääratud ja korrapäraste ajavahemike järel kogu segu jooksul ning panna järjest nummerdatud mahutitesse.

Kogutud üksikud proovid tuleb saata eraldi analüüsiks.

Kui homogeensust mõõdetakse tehasest väljumisel, võetakse kogu segust vähemalt 10 tüüpilist proovi ja saadetakse need eraldi analüüsiks.

Tulemuste tõlgendamine ja vastuvõetavuse kriteeriumid

Söödakäitlejal tuleb määrata maksimaalne variatsioonikoefitsient (CV). Enamikul juhtudel peaks 5% siht-CV olema praeguse tehnoloogia kohaselt saavutatav.

Juhul, kui CV ületab maksimaalset sihttaset tuleb rakendada parandusmeetmeid, näiteks segisti segamisaja reguleerimine jne.

Testi tõlgendamine

	Vastab	Vastuvõetav	Mitte vastav
CV	<5%	5%-10%	>10%

Mõisted:

Variatsioonikoefitsient (CV) – on standardhälbe ja aritmeetilise keskmise suhe, väljendatuna %.

Variatsioonikoefitsient on vastuvõetav: söödasegude puhul kuni 5-10%.

Variatsioonikoefitsent arvutatakse iga võetud proovi märgistusaine individuaalsete tulemuste põhjal vastavalt:

$$CV = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100$$

CV – variatsioonikoefitsient, väljendatud %

σ – standardhälve

$\bar{x}$ - analüüsitulemuste keskmine, aritmeetiline arv

Kus standardhälve (σ)arvutatakse järgmiselt: $\sigma = \sqrt{\frac{\Sigma(x_n - \bar{x})^2}{n-1}}$

x_n - ühe proovi testimise tulemus

$\bar{x}$ – analüüsitulemuste aritmeetiline keskmine

n - analüüside arv

Näide:

Proovid homogeensuse testiks võeti söödamikserist. Segisti tühjendamise ajal võeti 8 proovi.

Proov nr	X_n	$\bar{x}$	$x_n - \bar{x}$	$(x_n - \bar{x})^2$
1	155	157	-2	4
2	142	157	-15	225
3	150	157	-7	49
4	161	157	+4	16
5	157	157	0	0
6	180	157	+23	529
7	160	157	+3	9
8	152	157	-5	25
				Σ 857

$\bar{x}$ (aritmeetiline keskmine): 155+142+150+161+157+180+160+152: 8 = 157 (mg/kg)

$$\sigma = \sqrt{\frac{\Sigma(x_n - \bar{x})^2}{n-1}} \qquad \sigma = \sqrt{\frac{857}{7}} = 11{,}06\ mg/\kappa g$$

$$CV = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100$$

$$CV = \frac{11{,}06}{157} \times 100 = 7\%$$

Vastus: Variatsioonikolfitsent on 7% , seega vastus on vastuvõetav ja käitleja on tõestanud segisti segamise võimet segada nõuetekohast sööta.