

# ZASTOSOWANIE NOWEJ INSTRUKCJI OCENY HOMOGENICZNOŚCI W BADANIACH BIEGŁOŚCI

*Sławomir Walczyński*

Instytut Zootechniki Państwowy Instytut Badawczy  
Krajowe Laboratorium Pasz w Lublinie (Polska)

*Przedstawiono wyniki badań biegłości laboratoriów z 2012 r. w zakresie oceny stopnia wymieszania na podstawie mikro- i makroelementów. Upoważnione laboratoria ZHW potwierdziły swoje kompetencje do wykonywania badań na potrzeby urzędowego nadzoru. Obliczenia wykonano na podstawie instrukcji Głównego Lekarza Weterynarii oceny homogeniczności mieszanek paszowych z 2005 r. oraz według założeń opracowanej nowej procedury. W porównaniu do poprzedniej wersji zwiększono liczbę pobieranych próbek pierwotnych w próbce seryjnej do 6 sztuk, przy jednoczesnym zmniejszeniu ich masy do 100 g. Uwzględniono w obliczeniach składową zmienności metody (powtarzalność), o którą pomniejszono, wyliczany z zawartości składnika kluczowego w próbkach pierwotnych, całkowity współczynnik zmienności.*

Rozporządzenie wspólnotowe nr 183/2005 z dnia 12 stycznia 2005 r. wprowadziło obowiązek wytwarzania bezpiecznej paszy, gwarantującej osiągnięcie pożądaných efektów produkcyjnych i cech jakościowych produktów zwierzęcych. Zadaniem urzędowej kontroli jest sprawdzenie bezpieczeństwa i jakości paszy zgodnie z rozporządzeniem 882/2004 z dnia 29 kwietnia 2004 r. Nie zostały jednak opracowane i zalecone do stosowania standardowe metody oceny homogeniczności. W celu umożliwienia kontroli homogeniczności mieszanek paszowych na potrzeby krajowego urzędowego nadzoru, w Instytucie Zootechniki-Państwowym Instytucie Badawczym, Krajowym Laboratorium Pasz w Lublinie, opracowano instrukcję badania homogeniczności mieszanek paszowych na podstawie oceny stopnia wymieszania chlorków lub wapnia.

Jednorodność określana jest na podstawie badania stopnia wymieszania wybranego składnika, przy wykorzystaniu jednej z następujących metod oznaczania: chlorków, wapnia i węgla wapnia. Na podstawie instrukcji od 2005 r. organizowane są badania biegłości (PT) potwierdzające kompetencje upoważnionych laboratoriów Zakładów Higieny Weterynaryjnej do wykonywania przedmiotowych badań w ramach urzędowej kontroli.

Prowadzone były jednocześnie prace mające na celu doskonalenie założeń instrukcji. Od 2008 r. rozszerzono zakres badań (PT) o dwa mikroskładniki — cynk i miedź. Od 2010 r. zmniejszono masę próbki pierwotnej do 100 g, czyli do masy próbki do badań, zgodnie z normą ISO 6498 — Animal feeding stuffs. Guidelines for sample preparation oraz Rozporządzeniem Komisji (WE) nr 152/2009 z dnia 27 stycznia 2009 r. ustanawiającym metody i dokonywania analiz do celów urzędowej kontroli. W obecnym projekcie instrukcji proponuje się obliczanie niejednorodności rozmieszczenia badanych składników z uwzględnieniem powtarzalności metody w danym laboratorium. Zwiększono także ilość próbek pierwotnych do 6 sztuk, która to ilość jest minimalną dla obliczeń statystycznych i wymagana w założeniach metodycznych zmodyfikowanej instrukcji przeznaczonej do wdrożenia.

**Badania biegłości.** Do badań biegłości wybrano dwie pełnoporcjowe mieszanki dla drobiu. Próbkę oznaczoną jako Pasza 1 pobrano z mieszanki w postaci kruszonki, a Pasza 2 z sypkiej. Próbkę wysłano do laboratoriów ZHW upoważnionych do prowadzenia badań w kierunku homogeniczności (stopnia wymieszania) mieszanek paszowych. Uczestników proszono o przeprowadzenie badań homogeniczności w zakresie możliwym do wykonania przez dane laboratorium uczestniczące w określonym czasie. Uzyskane wyniki pozwoliły na określenie

odtworzalności metod w badaniach stopnia wymieszania wykonanych w bieżącym roku i porównaniu z wynikami uzyskanymi w poprzednich latach.

**Ocena badań biegiłości według założeń obowiązującej instrukcji/** Według Instrukcji Głównego Lekarza Weterynarii [2] akceptowaną wartością stopnia wymieszania mieszanki paszowej, której miarą jest współczynnik zmienności CV zawartości chlorków (Cl<sup>-</sup>) lub wapnia w próbce seryjnej, jest  $CV \leq 10\%$ . W bieżącym badaniu wykorzystano mieszankę paszową, która spełniała powyższe kryterium (Pasza 1 – kruszonka). Wszystkie przesłane wyniki analiz Paszy 1, na podstawie których laboratoria obliczyły współczynniki zmienności potwierdziły odpowiednią homogeniczność produktu (tab. 1).

Tabela 1

**Współczynnik zmienności CV% wyników analiz składnika kluczowego w próbkach seryjnych**

M-ka paszowa	Badanie	Współczynnik zmienności, CV %			
		Min	Max	Wartość średnia	Mediana
Pasza 1	Chlorki	0,64	3,60	2,28	2,27
Pasza 2		5,22	15,59	11,55	13,46
Pasza 1	Wapń	1,00	4,36	2,65	2,82
Pasza 2		10,20	17,58	14,57	15,33
Pasza 1	Cynk	1,04	5,18	3,56	3,81
Pasza 2		2,67	4,68	3,61	3,43
Pasza 1	Miedź	3,21	8,06	5,99	6,30
Pasza 2		5,66	15,71	9,90	9,97

Druga z badanych mieszanek, Pasza 2, w postaci sypkiej nie spełniła kryteriów akceptowalnej homogeniczności. Obliczone wartości średnie współczynnika zmienności CV dla oznaczeń wapnia, chlorków i miedzi wyniosły powyżej 10 %. Jedynie w przypadku cynku były na poziomie uzyskanym dla Paszy 1 – 3,61 % (tab.1). Dane te świadczą o błędach popełnionych podczas procesu produkcyjnego.

Podczas oceny homogeniczności Paszy 1 dla wyników analizy cynku laboratorium L12 uzyskało wynik z-score na poziomie -2,12 sklasyfikowany jako wątpliwy. Wyniki analizy cynku laboratorium L3 dla Paszy 2 (CV=8,8%) odrzucone zostały testem Grubbsa jako wartość odstająca, a obliczony wskaźnik z-score wyniósł 7,63 i był niezadowolający. Z uwagi na to, że obliczone współczynniki zmienności CV były znacznie poniżej wartości granicznej przyjętej w cytowanej Instrukcji, laboratoria w tych przypadkach również potwierdziły swoje kompetencje w badanym zakresie. Można stwierdzić, że uczestnicy wykazali się wysoką jakością i rzetelnością w wykonywaniu badań homogeniczności.

Zmniejszenie masy próbki pierwotnej do 100 g przybliżyło ją wartości, która w większym stopniu charakteryzuje rzeczywisty stan mieszaniny. Ograniczyło też znacznie czas przygotowania próbki oraz zagrożenia wynikające ze wzrostu temperatury podczas rozdrabniania. Otrzymane dane nie były silnie rozproszone i umożliwiły uzyskanie CV oraz obliczonych parametrów z tabeli 2 na poziomie podobnym do lat ubiegłych.

**Ocena badań biegiłości według założeń zmodyfikowanej instrukcji.** Główną zmianą w stosunku do poprzedniej wersji jest obliczanie niejednorodności rozmieszczenia badanych składników z uwzględnieniem powtarzalności metody w danym laboratorium według wzoru 1. Zwiększeniu uległa także ilość próbek pierwotnych i wynosi obecnie 6 sztuk. Zmiany wystąpiły też w kryteriach oceny niejednorodności produktów paszowych. Podczas oceny wartości stopnia wymieszania stosujemy wyłącznie nierówność  $CV_h \leq 10\%$ , która to wartość świadczy o odpowiednim wymieszaniu składników mieszanki.

**Odchylenie standardowe odtwarzalności, granice odtwarzalności i niepewność rozszerzona w badaniach porównawczych metod oceny homogeniczności pasz na podstawie stopnia wymieszania**

Lp	M-ka paszowa	Badanie	Zawartość	Wartość przypisana X %	Odchylenie standardowe odtwarzalności SD <sub>R</sub>	Niepewność rozszerzona U=2 x SD <sub>R</sub>
1	Pasza 1	Chlorki	3,37 g/kg	2,28	0,89	1,78
2	Pasza 2		2,06 g/kg	11,55	3,70	7,40
3	Pasza 1	Wapń	36,90 g/kg	2,65	0,92	1,84
4	Pasza 2		28,69 g/kg	14,57	2,56	5,12
5	Pasza 1	Cynk	159,47 mg/kg	3,56	1,19	2,38
6	Pasza 2		109,09 mg/kg	3,61	0,68	1,36
7	Pasza 1	Miedź	20,98 mg/kg	5,99	1,74	3,48
8	Pasza 2		14,75 mg/kg	9,90	3,23	6,46

Nie możemy zastosować już korekcji wyniku o współczynnik zmienności metody, jak to było w poprzedniej instrukcji. Pamiętać też należy o wykonywaniu badań w warunkach powtarzalności, czyli powtórzenia wyniku koniecznie trzeba wykonać tego samego dnia i przez tego samego operatora.

$$CV_h = \sqrt{CV_m^2 - CV_r^2} \quad (1)$$

gdzie:

CV<sub>m</sub> – obliczony współczynnik zmienności,

CV<sub>r</sub> – współczynnik zmienności metody (powtarzalność),

CV<sub>h</sub> – współczynnik zmienności niejednorodności badanego składnika (standardowa niejednorodność).

W tabelach 3 i 4 zestawiono wyniki uzyskane podczas badań biegłości w 2012 r. przeliczone według założeń zmodyfikowanej instrukcji. Wartości obliczonego współczynnika zmienności CV<sub>m</sub> zostały pomniejszone o współczynnik zmienności metody (powtarzalności) CV<sub>r</sub> charakterystyczny dla warunków danego laboratorium. Występujące wartości zerowe pojawiają się w przypadku, gdy CV<sub>r</sub> > CV<sub>m</sub> i przyjmuje się, że badany składnik jest dobrze wymieszany w ocenianej partii materiału\* (tab. 3).

**Współczynnik zmienności CV<sub>h</sub>% wyników analiz składnika kluczowego w próbkach seryjnych**

		Min	Max	Wartość średnia	Mediana
Pasza 1	Chlorki	0*	3,17	1,02	0,44
Pasza 2		0*	14,52	8,80	9,25
Pasza 1	Wapń	0*	3,83	1,16	1,09
Pasza 2		5,78	17,36	13,62	14,62
Pasza 1	Cynk	0*	3,65	0,85	0
Pasza 2		0*	5,43	1,81	1,51
Pasza 1	Miedź	0*	7,75	2,69	0,81
Pasza 2		0*	11,78	8,07	9,09

**Odchylenie standardowe odtwarzalności, granice odtwarzalności i niepewność rozszerzona w badaniach porównawczych metod oceny homogeniczności pasz na podstawie stopnia wymieszania – nowa instrukcja**

Lp	M-ka paszowa	Badanie	Zawartość	Wartość przypisana X %	Odchylenie standardowe odtwarzalności SD <sub>R</sub>	Niepewność rozszerzona U=2 x SD <sub>R</sub>
1	Pasza 1	Chlorki	3,37 g/kg	1,02	1,23	2,46
2	Pasza 2		2,06 g/kg	8,80	5,00	10,00
3	Pasza 1	Wapń	36,90 g/kg	1,16	1,19	2,38
4	Pasza 2		28,69 g/kg	13,62	3,77	7,54
5	Pasza 1	Cynk	159,47 mg/kg	0,85	1,42	2,84
6	Pasza 2		109,09 mg/kg	1,81	1,97	3,94
7	Pasza 1	Miedź	20,98 mg/kg	2,69	3,24	6,48
8	Pasza 2		14,75 mg/kg	8,07	3,48	6,96

### PODSUMOWANIE

1. Na podstawie badań biegłości w 2012 r. potwierdzono kompetencje upoważnionych laboratoriów urzędowych do prowadzenia badań w zakresie oceny homogeniczności pasz.

2. Zmniejszenie próbki pierwotnej do 100 g nie wpłynęło na zwiększenie uzyskiwanych współczynników zmienności analiz wapnia, chlorków, cynku i miedzi w porównaniu do lat ubiegłych.

3. Uwzględnienie w obliczeniach składowej zmienności metody CV<sub>r</sub> (powtarzalności) w danym laboratorium spowodowało zmniejszenie wartości przypisanej X.

### APPLICATION OF THE NEW PROCEDURE OF HOMOGENEITY EVALUATION IN PROFICIENCY TESTING

*Sławomir Walczyński*

Institute of Zootechnics  
National Laboratory for Feedingstuffs (Poland)

### SUMMARY

The paper presents data from proficiency testings (PTs) from 2012 in homogeneity range. Competence of participating laboratories, which were Regional Veterinary Laboratories, to make a legal control within that issue was confirmed. The calculations were made on the current instructions assess the homogeneity of compound feed in 2005, and according to the principles developed new procedures. Compared to the previous version increased the number of incremental samples in the sample batch to 6 units, while reducing their weight to 100 g. Taken into account in the calculation of component variation method (repeatability) of which were reduced, calculated from the contents of a key ingredient in the incremental samples, the total coefficient of variation.

### ЗАСТОСУВАННЯ НОВОЇ ІНСТРУКЦІЇ ЩОДО ОЦІНКИ ОДНОРІДНОСТІ У МІЖЛАБОРАТОРНИХ ПОРІВНЯЛЬНИХ ВИПРОБУВАННЯХ

*Славомир Вальчиньські*

Інститут Зоотехніки, Національна Лабораторія Кормів в Любліні (Польща)

## АНОТАЦІЯ

У роботі представлені результати міжлабораторних порівняльних випробувань у 2012 р. для оцінки ступеня змішення на основі мікро- і макроелементів. Уповноважені лабораторії підтвердили свою компетентність при проведенні випробувань для офіційного нагляду. Розрахунки проводилися згідно з інструкцією головного ветеринарного лікаря за оцінкою однорідності комбікормів у 2005 р. і відповідно до розробленої нової процедури. У порівнянні з попередньою версією збільшилася кількість первинних проб в партії до 6, при одночасному зменшенні їх ваги до 100 г. У розрахунках врахований компонент варіації методу (повторюваність), на величину якого був зменшений загальний коефіцієнт варіації.

### **ПРИМЕНЕНИЕ НОВОЙ ИНСТРУКЦИИ ПО ОЦЕНКЕ ОДНОРОДНОСТИ В МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЯХ**

*Славомир Вальчински*

Институт Зоотехники, Национальная Лаборатория Кормов в Люблине (Польша)

## А Н Н О Т А Ц И Я

В работе представлены результаты межлабораторных сравнительных испытаний в 2012 г. для оценки степени смешения на основе микро- и макроэлементов. Уполномоченные лаборатории подтвердили свою компетентность при проведении испытаний для официального надзора. Расчеты проводились согласно инструкции главного ветеринарного врача по оценке однородности комбикормов в 2005 г. и в соответствии с разработанной новой процедурой. По сравнению с предыдущей версией увеличилось количество первичных проб в партии до 6, при одновременном уменьшении их веса до 100 г. В расчетах учтен компонент вариации метода (повторяемость), на величину которого был уменьшен общий коэффициент вариации.

## PIŚMIENNICTWO

1. *Ch. Grøn, J. B. Hansen, B. Magnusson: Uncertainty from sampling – A nordtest handbook for sampling planners on sampling quality assurance and uncertainty estimation. Nordic Innovation Centre, Norway. — 2007.*
2. Instrukcja. Ocena homogeniczności mieszanek paszowych na podstawie badania stopnia wymieszania składnika kluczowego. Instytut Zootechniki. Krajowe Laboratorium Pasz w Lublinie. Lublin, listopad 2005.
3. Norma PN-ISO 6498. Pasze. Przygotowanie próbek do badań.
4. 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.).
5. *Walczyński S. Sprawozdanie z realizacji zadań laboratorium referencyjnego w 2012 r. pt.: „Organizacja badań biegłości w zakresie oznaczania stopnia wymieszania makro- i mikroskładników.*