Mikrotracer: Verlässliche Kontrolle der Homogenität und Verschleppung

Microtracers – reliable checks on homogeneity and carry-over

TEILCHEN ZÄHLEN STATT MENGEN MESSEN

COUNTING PARTS INSTEAD OF MEASURING CONCENTRATION

The homogeneity and carry-over of animal feed can be checked with traditional tracers, such as manganese or cobalt, but it can also be measured with Microtracers. This latter method is based on particle counts and not on measuring the concentration.

During the production of animal feed, it is extremely important that every batch has the same composition. At the same time, it is important to reduce the slippage of feed components to a minimum. For the animal-feed producer it is essential to check these criteria – if feeds are not mixed homogeneously, it costs money, and an incorrect composition of feed leads to inefficient animal production and to a waste of feed ingredients.

Traditionally, manganese or cobalt are used as tracers to measure carry-over, but since July 2006, Microtracers are also permitted (GMP+, 2006). The special aspect of microtracer technology is that it is based on particle counts and not on measuring a concentration. Cobalt, manganese, methyl violet and Microtracer RF are indirect external tracers, whereas Microtracer F, FS en FSS are direct external tracers.

Microtracers

In Europe, Microtracer FSS and F and the services of Micro Tracers Services Europe (MTSE) are marketed by Jadis Additiva.

Microtracers consists of irregularly shaped iron particles. They can be supplied in a range of colours, which means that different feed components can be tracked in one mix line. The irregular shape of the particles allows the Microtracers to travel in the feed mix and prevents them from dropping down during the production process.

Microtracers are applied in mixer tests to check uniformity and to optimise the mixing time and the addition time of the micro components. They can also establish the degree of carry-over and they can demonstrate feed additives– e.g. coccidiostatics, selenium, medicated feeds. Microtracers can also be used as a marker for measuring the passage speed through the intestines. Tracers need to be stable and must correspond with the smallest relevant particles in the mixture. The analysis of the tracer must be accurate, simple and economical, and ideally it should be possible to carry it out in situ.

Research by TNO in Zeist demonstrated that Microtracers produced reliable results and that they are simpler and more efficient in application than manganese and cobalt.

Mason Jar-method

Microtracers are added to the mix line as a concentrate or by means of an automated microdosage device, and they are added at the point the other components are also added.

The amount of tracer must be equal to the amount of the least concentrated component of the mixture. For pre-mixes this is 1:100 000, for complete feeds it is 1:10 000. MTSE and Jadis Additiva have invested substantial sums in

Tierfuttermitteln können auf Homogenität und Verschleppung abgesehen von den traditionellen Tracer-Substanzen wie beispielsweise Mangan oder Kobalt auch mit Hilfe von Mikrotracern kontrolliert werden. Diese Technik beruht auf dem Prinzip der Teilchenzählung anstelle der Konzentrationsmessung.

Bei der Herstellung von Tierfuttermitteln ist unbedingt darauf zu achten, dass alle Chargen genau die gleiche Zusammensetzung aufweisen. Zudem ist die Verschleppung der Futterkomponenten weitestmöglich zu vermeiden. Für den Tierfutterhersteller ist es somit unabdingbar, diese Kriterien zu kontrollieren. Wenn das Futter keine homogene Mischung darstellt, kann das kostspielig werden. Abweichungen im Hinblick auf die Zusammensetzung des Futters beeinträchtigen die Leistung der Tiere und bedeuten, dass die Inhaltsstoffe des Futters verschwendet werden. Zur Messung der Verschleppung werden traditionell Mangan oder Kobalt als Tracer beziehungsweise Tracierungsmittel verwendet. Seit Juli 2006 sind auch Mikrotracer zugelassen (GMP+, 2006). Die Besonderheit der Mikrotracertechnik liegt darin, dass diese auf der Teilchenzählung anstelle der Konzentrationsmessung beruht. Kobalt, Mangan, Methylviolett und Mikrotracer RF sind indirekte externe Tracer; Mikrotracer F, FS und FSS sind direkte externe Tracer.

Mikrotracer

Mikrotracer FSS und F und die Dienstleistungen von Micro Tracers Services Europe (MTSE) werden in Europa von Jadis Additiva vermarktet. Die Microtracer bestehen aus unregelmäßig geformten Eisenteilchen und sind in unterschiedlichen Färbungen erhältlich. Auf diese Weise können in einer Mischstraße verschiedene Futterkomponenten überwacht werden. Aufgrund der unregelmäßigen Form der Teilchen werden die Mikrotracer mit der Futtermischung mitgerissen und fallen beim Produktionsprozess nicht aus. Die Mikrotracer gelangen bei der Einheitlichkeitskontrolle in Mischertests zur Anwendung und werden auch zur Optimierung der Mischzeit und der Zugabestellen für Mikrobestandteile verwendet. Zudem können sie dabei helfen, das Ausmaß der Verschleppung zu bestimmen und Futteradditive auf zu zeigen (Coccidiostatica, Selen, medikamentenhaltige Futtermittel). Darüber hinaus können die Mikrotracer als Marker zur Messung der Durchtrittsgeschwindigkeit durch den Magen-Darm-Kanal herangezogen werden. Die Tracer müssen stabil sein und in der Größe den kleinsten relevanten Teilchen in der Mischung entsprechen. Die Tracer-Analyse muss präzise, einfach und kostengünstig sein und sollte sich vorzugsweise an Ort und Stelle durchführen lassen. Entsprechende Untersuchungen am TNO (Niederländisches Institut für angewandte naturwissenschaftliche Forschung) in

Zeist zeigen, dass die Mikrotracer durchaus verlässliche Ergebnisse erbringen und sich einfacher und effizienter anwenden lassen als Mangan und Kobalt.

Mason Jar-Methode

Die Mikrotracer werden in der Mischstraße entweder in Form eines Konzentrats oder über eine automatische Mikrodosiereinrichtung zugegeben, und zwar an der Stelle, wo auch alle anderen Bestandteile beigefügt werden. Hierbei ist darauf zu achten, dass die Tracermenge der Menge des am niedrigsten konzentrierten Bestandteils in der Mischung entspricht. Bei Vormischungen ist dies 1:100 000, bei Vollfutter 1:10 000. MTSE und Jadis Additiva b. v. haben viel in die Entwicklung und Optimierung der Probenahme- und Analyseverfahren investiert. Die korrekte Probenahme ist für eine präzise Analyse unabdingbar. Das Analysenergebnis hängt im Wesentlichen von der Anzahl der Proben, der Menge des Probenmaterials, vom Zeitpunkt der Probenahme und von den verwendeten Instrumenten ab. Zur Analyse der Teilchenzahl wurden zwei Verfahren entwickelt: die „Mason Jar-Methode" und die „Rotations-Detektormethode". MTSE bietet zur Unterstützung bei der Implementierung der damit verbundenen Messtechnik entsprechende Workshops an. Zudem unterschreibt die Organisation entsprechende Verträge mit Sterlabs und organisiert entsprechende Ringtests, um die Qualität der Analysen zu gewährleisten.

Bei der Mason Jar-Methode, dem qualitativen Verfahren, wird eine Futterprobe (Pellets gemahlen) abgewogen und in einen 500 ml großen Topf mit einem magnetischen Deckel überführt. In den Deckel wird Filterpapier eingelegt und der Topf daraufhin eine Minute lang geschüttelt. Im nächsten Schritt wird das Filterpapier herausgenommen und mit einer Ethanol-/Wassermischung eingesprüht. Nach 30 Sekunden wird das Filterpapier aus dem Deckel entnommen und getrocknet. Nun können die eingefärbten Teilchen auf dem Filterpapier gezählt werden. Dieses Verfahren lässt sich mühelos im Werk einsetzen; es werden dazu keine besonderen Geräte benötigt. Bei der Rotationsdetektormethode, dem quantitativen Verfahren, werden ein Rotationsdetektor, ein Entmagnetisiergerät und Filterpapier (70 mm beziehungsweise 240 mm) benötigt. Die abgewogene Probe wird im Rotationsdetektor gefiltert und die Eisenteilchen auf dem 70 mm Filterpapier entmagnetisiert. Das 240 mm Filterpapier wird mit einer Ethanol-/Wassermischung eingesprüht und die Probe vom 70 mm Filter auf den 240 mm Filter überführt. Der große Filter wird getrocknet und dann können die einzelnen gefärbten Teilchen gezählt werden. Gemäß der EU-Richtlinie muss die Mischgenauigkeit bei Vormischungen 1:100 000 betragen. Bei Zugabe von 10 g Mikrotracer F (mit 25 000 Teilchen pro Gramm) pro Tonne Futter enthält das Futter insgesamt 250 Teilchen pro kg. Eine Futterprobe von 200 Gramm weist somit 50 Teilchen auf, die manuell gezählt werden können (Übersicht 1). Die statistische Auswertung der Analysenergebnisse ist von MTSE und Jadis Additiva gut untermauert worden.

Da dieses Verfahren auf dem Prinzip der Teilchenzählung (Poisson-Verteilung) und nicht auf einer Konzentrationsmessung beruht, erfordert die Interpretation der Werte auch andere statistische Methoden.

the development and optimisation of their sampling and analysis methods.

Correct sampling is essential to an accurate analysis. The number of samples, the amount of sample, the time of sampling and the equipment used determine the analysis result to a considerable extent.

Two methods have been developed for the analysis of the number of particles – the 'Mason Jar Technique' and the 'Rotation-detector technique'. MTSE provides support for the implementation of the detection technique in the form of workshops. The organisation also signs agreements with accredited laboratories in the Netherlands (STERLABS) and organises ring tests to safeguard the quality of the analyses.

In the Mason Jar method, the qualitative method, the feed sample (ground pellets) is weighed and transferred into a 500 ml jar with a magnetic lid. Filter paper is inserted into the lid and the jar is shaken for one minute. Then the filter paper is removed, and sprayed with an ethanol/water mixture. After 30 seconds the filter paper is removed from the lid and dried.

Now it is possible to count the coloured particles on the filter. This method is easily applied in the factory; it does not require special equipment.

Übersicht 1: Mikrotracer
Table 1: Microtracer

Product/product	Teilchen pro Gramm/ particles per gram	Teilchengröße/ Particle Size
Miktrotracer F/ Microtracer F	25 000	150-300 mym
Mikrotracer FSS/ microtracer FSS	150 000	75-300 mym
Mikrotracer RF/ Microtracer RF	> 2 000 000	75-150 mym
Farben/Colours:	blau, rot, orange, grün, violett und Mischfarben	blue, red, orange, green, violet and mixing colors
Wasserlöslich – nicht wasserlöslich/watersoluble – not watersoluble Hitzebeständig/heat resistant		
Analyseverfahren/ analysis method:	15 Teilchen/particles	qualitativ/qualitative
	16-100 Teilchen/ particles	quantitativ und manuell/ quantitative and manual
	101-500 Teilchen/ particles	quantitativ/ quantitative (Scanner/ scanner)
	> 500 Teilchen/ particles	quantitativ/quantitative (Waage/scale)

Quelle: Jadis

Foto/photo: Jadis

Der Rotationsdetektor filtert eine abgewogene Probe; danach können die Eisenteilchen entmagnetisiert werden.
The Rotary detector filters a weighed sample; after which the iron particles can be demagnetised.

Rotary Detector

The Rotation-detector technology, the quantitative method, requires a rotation detector, a demagnetiser and filter paper (70mm and 240mm). The weighed sample is filtered in the rotation detector. The iron particles are demagnetised on the 70mm filter paper. The 240mm filter paper is sprayed with an ethanol/water mixture and the sample is transferred from the 70mm filter to the 240mm filter. The big filter is dried, and then the individual coloured particles are counted.

According to the EU Directive, the mixture accuracy must be 1:100 000 for pre-mixes. When adding 10 g of microtracer F (with 25 000 particles per gram) per tonne of feed, the feed contains 250 particles per kg. In a feed sample of 200 g there would be 50 particles. This quantity can be counted manually (table 1).

The statistical evaluation of the analysis results is substantiated properly by MTSE and Jadis Additiva.

As the method is based on a particle count (Poisson distribution), and not on a concentration measurement, the interpretation of the values requires different statistical methods.

MTSE

Micro Tracers
Services Europe
GmbH

Die einzige direkte Methode
zur Bestimmung der Mischgenauigkeit und des Verschleppungsgrades in Futtermitteln.

Sicher in der Anwendung –
Microtracer sind nicht gesundheitsschädlich und gefährden nicht die Umwelt. Das Futter der Testchargen kann Tieren gefüttert werden.

Variabel in der Partikelgröße –
Speziell entwickelte Microtracer sowohl für Vormischungen als auch für Endfutter.

Multitasking – die Auswahl mehrerer Farben ermöglicht in einem einzigen Versuch die Optimierung von bis zu drei Mischzeiten oder die Identifizierung von bis zu drei Verschleppungswegen vor dem eigentlichen Mischer.

Schnelle und genaue Analysenmethode – Probennahme und Ergebnis der analysierten Proben in einem Tag möglich.

The only direct method
for determination of mixing accuracy and carry-over in feed.

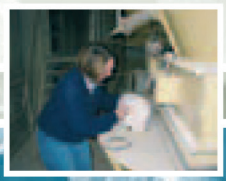
Safe in handling –
Microtracer are not hazardous to health or environment. Feed from the test batches can be fed to animals.

Variable in particle size –
Specially designed Microtracer for premixes and finished feed.

Multitasking – the choice of more than one colour allows the optimization of up to three mixing times or up to three carry-over pathways before the mixer in only one trial.

Fast, accurate analysis procedure – Sampling and analytical results of the analysed samples in one day only.

© www.graumann-design.de



MTSE GmbH Dr. Sabine Artelt
Chemikerin | Geschäftsführerin
Chemist | Managing Director

Zur Kalkbahn 26 | D-52379 Langerwehe
Fon: +49-2423-40780-97
Fax: +49-2423-40780-98
Email: info@microtracer.de

www.microtracer.de