

## **KOMPETENCJE LABORATORIÓW URZĘDOWEJ KONTROLI W ZAKRESIE BADANIA JEDNORODNOŚCI PRODUKTÓW PASZOWYCH**

Sławomir Walczyński

Instytut Zootechniki – Państwowy Instytut Badawczy,  
Krajowe Laboratorium Pasz, Lublin

**Streszczenie.** Sposób oceny kompetencji laboratoriów przedstawiono poprzez badanie biegłości, w którym wzięło udział 14 laboratoriów urzędowego nadzoru (Zakłady Higieny Weterynaryjnej) oraz laboratorium referencyjne (Krajowe Laboratorium Pasz) jako organizator. Wykonano 96 badań jednorodności, analizując łącznie w 180 próbkach pierwotnych zawartość składników kluczowych. Otrzymano 576 wyników badania: chlorków (156), wapnia (156), cynku (132) i miedzi (132). Wyniki badania stopnia wymieszania mieszanek paszowych (współczynniki zmienności) były niższe od 10%, co jest górną wartością graniczną zawartą w Instrukcji Głównego Lekarza Weterynarii. Upoważnione laboratoria ZHW uczestniczące w badaniach przedstawiły wyniki o zadowalającej jakości (precyzji) i rzetelności, potwierdzając swoje kompetencje do oceny stopnia wymieszania (homogeniczności) mieszanek paszowych na podstawie analizy makro- (Cl, Ca) i mikroelementów (Zn, Cu) w ramach urzędowej kontroli pasz. Opracowano znowelizowaną instrukcję badania homogeniczności, w której uwzględniona została zmienność metody analitycznej.

**Słowa kluczowe:** metoda, ocena, homogeniczność, produkty paszowe

### **WSTĘP**

Rozporządzenie Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. nałożyło na państwa członkowskie obowiązek urzędowej kontroli pasz w celu sprawdzenia ich zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia i dobrostanu zwierząt. Aby wykonać te zalecenia corocznie opracowywany jest

---

Adres do korespondencji – Corresponding author: Instytut Zootechniki – Państwowy Instytut Badawczy, Krajowe Laboratorium Pasz, ul. Chmielna 2, 20-079 Lublin, e-mail: swalczynski@clpp.lublin.pl

Plan Urzędowej Kontroli Pasz (PUKP), obejmujący m.in. jednorodność produktów paszowych. Ilość próbek seryjnych do 2013 r. włącznie wynosiła 80 sztuk, a od 2014 r. została zwiększona do 240 sztuk. Wyniki urzędowego monitoringu paszowego w latach 2010–2015 w obszarze homogeniczności potwierdziły niezgodność na poziomie od 0,8% (2015) do 6,0% (2011) pobranych próbek – tabela 1. Przeprowadzona natomiast analiza ryzyka na potrzeby PUKP w 2017 r. nie wykazała niebezpiecznych zagrożeń (tab. 2).

Obecnie ocenę homogeniczności wykonuje się na podstawie instrukcji Głównego Lekarza Weterynarii [Instrukcja... 2005], według której należy pobrać 5 próbek pierwotnych z całej partii ocenianej mieszanki paszowej. Po przeanalizowaniu zawartości wybranego składnika w poszczególnych próbkach obliczany jest współczynnik zmienności  $CV$  uzyskanych wyników. Spełnienie kryterium  $CV \leq 10\%$  świadczy o właściwej jednorodności (homogeniczności) mieszanki paszowej, zgodnej z wymaganiami w tym zakresie. Jeżeli jednak wartość  $CV > 10\%$  można wówczas uwzględnić współczynnik zmienności metody analitycznej w danym laboratorium. Wówczas skorygowany współczynnik zmienności  $CV_k$  jest obliczany ze wzoru:

$$CV_k = CV - CV_m$$

gdzie:

$CV_k$  – współczynnik zmienności po uwzględnieniu zmienności metody analitycznej,

$CV$  – współczynnik zmienności wyników oznaczeń,

$CV_m$  – współczynnik zmienności metody analitycznej.

Tabela 1. Wyniki kontroli urzędowej pasz w latach 2010–2015 w zakresie homogeniczności  
Table 1. Results of official control of feedingstuffs in the years 2010–2015 in the field of homogeneity

Lata / Years																	
2010			2011			2012			2013			2014			2015		
<i>n</i>	<i>N</i>	<i>N, %</i>	<i>n</i>	<i>N</i>	<i>N, %</i>	<i>n</i>	<i>N</i>	<i>N, %</i>	<i>n</i>	<i>N</i>	<i>N, %</i>	<i>n</i>	<i>N</i>	<i>N, %</i>	<i>n</i>	<i>N</i>	<i>N, %</i>
79	2	2,53	84	5	6,0	87	5	5,7	83	1	1,2	231	3	1,3	239	2	0,8

*n* – liczba próbek seryjnych, *N* – liczba próbek niezgodnych, *N (%)* – niezgodność w % na podstawie danych GIW

*n* – number of serial samples, *N* – number of nonconformity samples, *N (%)* – nonconformity in % on the basis of General Veterinary Inspectorate

Potwierdzenie kompetencji upoważnionych laboratoriów urzędowego nadzoru przeprowadza się poprzez organizację badania biegłości (Proficiency Testing – PT) zgodnie z wymaganiami normy PN-EN ISO 17043:2011. Pobierane są próbki seryjne z dwóch wybranych produktów paszowych, które przesyła się do uczestników badania. Laboratoria określają zawartość makro- (wapń, chlorki) i mikroelementów (cynk, miedź). Krajowe Laboratorium Pasz Instytutu Zootechniki – PIB jako organizator badania i pełniący funkcję laboratorium referencyjnego w tym zakresie, przeprowadza analizę statystyczną wyników wraz z interpretacją zgodnie z normą ISO 13528:2005. W raporcie

z PT oprócz opracowanych danych przekazanych przez laboratoria zamieszczona jest także ocena ich kompetencji do wykonywania badań w rozpatrywanym obszarze.

Tabela 2. Opis zagrożeń monitorowanych w ramach PUKP w 2017 r. – przykład [PUKP 2017]  
Table 2. Description of hazards monitored in the framework of PUKP in 2017 – example [PUKP 2017]

Ocena wpływu zagrożenia / Assessment of the impact threat		
Homogeniczność mieszanek paszowych / Homogeneity of compound feeds		
1.	Mieszanki paszowe Compound feed	Ryzyko niskie Zwierzę – stosowanie w żywieniu zwierząt nieprawidłowo wymieszanych mieszanek paszowych może prowadzić do obniżenia produktywności Środowisko – nieistotny wpływ na środowisko naturalne Człowiek – nieistotny wpływ czynnika na zdrowie i życie ludzi

Celem pracy była ocena kompetencji laboratoriów urzędowej kontroli do badania homogeniczności produktów paszowych na podstawie analizy wybranych makro- i mikroelementów.

## MATERIAŁ I METODY BADAŃ

Badanie biegłości PT (proficiency testing) przeprowadzono na mieszankach paszowych dla drobiu w postaci sypkiej i granulowanej. Pobrano próbki seryjne, składające się z 6 próbek pierwotnych o masie 100 g każda. Próbkobranie wykonano, zachowując warunki techniczne zgodne z Rozporządzeniem Komisji (UE) nr 691/2013. Próbkę pierwotną umieszczano w torebkach foliowych z hermetycznym zamknięciem, oznaczając je numerami od 1 do 6. Próbkę seryjną pakowano następnie w torbę foliową z hermetycznym zamknięciem i przechowywano w pomieszczeniu o kontrolowanej temperaturze i wilgotności do czasu wysyłki. Każdy uczestnik otrzymał dwie próbki seryjne – mieszankę paszową sypką MS i granulowaną MG. W teście uczestniczyło łącznie 15 laboratoriów, w tym laboratorium referencyjne w obszarze oceny homogeniczności będące organizatorem badania. Każdy z uczestników, który przekazał pojedyncze wyniki analiz, wartości średnie, odchylenie standardowe i współczynnik zmienności wyników dla 6 próbek został oznaczony niepowtarzalnym numerem (od L1 do L15).

Wyniki opracowano statystycznie w celu uzyskania obiektywnej podstawy do interpretacji wyników PT i sporządzenia raportu, na podstawie którego każde laboratorium mogło ocenić swoje wyniki badań i ogólnie wyniki uzyskane przez wszystkich uczestników. Wartość średnią  $\bar{X}$  określano na podstawie wyników badań laboratoriów uczestniczących, jako średnią arytmetyczną, po odrzuceniu wyników odbiegających.

Analizę statystyczną wyników PT przeprowadzano zgodnie z normą ISO 13528:2005.

Zastosowano następujące postępowanie:

– usunięcie wartości odbiegających (błędy grube) przy użyciu testu Grubbsa,

- obliczenie średniej wyników po usunięciu wartości odbiegających,
- obliczenie odchylenia standardowego,
- obliczenie wskaźnika  $z$  ( $z$ -score).

Organizator PT, pełniący jednocześnie funkcję laboratorium referencyjnego, był zobowiązany do oceny kompetencji laboratoriów upoważnionych do badań pasz w ramach urzędowego nadzoru zgodnie z art. 25b ust. 2 ustawy o zmianie ustawy o Inspekcji Weterynaryjnej [Ustawa... 2010].

Wskaźniki  $z$  uczestników obliczane były na podstawie równania (1):

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

gdzie:

$x$  – wynik uczestnika

$X$  – wartość średnia po usunięciu wyników odbiegających (wartość przypisana),

$s$  – odchylenie standardowe (obliczone na podstawie wyników badań).

Wartości wskaźnika  $z$  obliczano dla wszystkich wyników, również tych, które zostały odrzucone jako wyniki odbiegające.

Wynik laboratorium  $z$  różni się zazwyczaj od wartości przypisanej  $X$ . Wskaźniki  $z$  mogą przybierać wartości ujemne lub dodatnie. Przyjęto następujące kryteria oceny wskaźników  $z$  [PN-EN ISO 17043:2011]:

- $|z| \leq 2$  wynik badania zadowolający,
- $2 < |z| < 3$  wynik badania wątpliwy,
- $|z| \geq 3$  wynik badania niezadowolający.

## WYNIKI BADAŃ I DYSKUSJA

Według Instrukcji Głównego Lekarza Weterynarii [Instrukcja... 2005] akceptowaną wartością stopnia wymieszania mieszanki paszowej, której miarą jest współczynnik zmienności  $CV$  zawartości składnika kluczowego w próbce seryjnej, jest  $CV \leq 10\%$ . Badania od 2008 roku prowadzone są na dwóch produktach paszowych, w których analizowane są zawartości makroskładników (chlorki i wapń) oraz mikroskładników (cynk i miedź). W latach 2008–2016 były to m.in. mieszanki pełnoporcjowe dla niosek, brojlerów i prosiąt, mieszanki uzupełniające dla świń i niosek oraz jeden premiks dla niosek. Średnio corocznie wykonywanych jest prawie 90 badań homogeniczności, gdzie przeprowadza się analizę w ponad 150 próbkach pierwotnych zawartości składników kluczowych (ponad 500 wyników). Zmniejszono także masę próbki pierwotnej do 100 g zgodnie z założeniami normy PN-ISO 6498. Ograniczono tym samym znacznie czas przygotowania próbki oraz zagrożenia wynikające ze wzrostu temperatury podczas rozdrabniania. Otrzymane dane nie były silnie rozproszone i umożliwiły uzyskanie współczynnika zmienności  $CV$  na poziomie podobnym do wyników z lat ubiegłych.

W bieżącym badaniu (2017) wykorzystano mieszanki paszowe, które spełniały powyższe kryterium. Przesłane wyniki, na podstawie których laboratoria obliczyły współ-

czynniki zmienności dla swoich analiz, potwierdziły odpowiednią homogeniczność produktów (tab. 3). Świadczyły też o zadowalającej jakości i rzetelności wykonanej pracy przez laboratoria uczestniczące. Znaczne zróżnicowanie wyników dla chlorków i wapnia w mieszance sypkiej mogło być spowodowane wprowadzeniem do mieszanki składników niedostatecznie rozdrobnionych. Zakres zmienności wyników nie odbiegał jednak znacząco od danych uzyskanych w poprzednich latach (tab. 4).

Tabela 3. Współczynnik zmienności CV, % wyników analiz składników kluczowych w próbkach seryjnych

Table 3. Coefficient of variation CV, % of the main components investigation results in serial samples

Mieszanka paszowa Compound feed	Badanie Test	Współczynnik zmienności CV, % Coefficient of variation CV, %			
		min	max	wartość średnia average value	media- na
HS/17	chlorki	1,96	8,26	4,61	3,77
HG/17	chlorides	0,79	5,90	3,14	3,06
HS/17	wapń	2,97	6,10	4,22	3,88
HG/17	calcium	0,99	2,70	1,63	1,52
HS/17	cynk	1,55	5,97	3,46	3,24
HG/17	zink	1,21	5,74	3,20	3,17
HS/17	miedź	2,30	7,89	5,72	6,30
HG/17	copper	2,43	5,03	3,51	3,51

Tabela 4. Zakres wartości przypisanej  $X$  oraz niepewności rozszerzonej  $U$  w badaniach homogeniczności w latach 2008–2017

Table 4. The range of assigned value  $X$  and expanded uncertainty  $U$  in homogeneity tests in 2008–2017

Parametr Parameter	Zakres zawartości Range of content g kg <sup>-1</sup>	Zakres wartości przypisanej Range of assigned value $X$ %	Zakres niepewności rozszerzonej Range of expanded uncertainty $U = 2 SD_R^*$ %
Chlorki/ Chlorides	2,06–16,01	2,06–4,80	1,14–4,04
Wapń/ Calcium	7,61–298,52	1,43–4,97	1,20–3,90
Cynk/ Zink	0,085–1,009	2,57–4,84	1,00–4,06
Miedź/ Copper	0,0148–0,153	3,23–7,32	2,20–3,76

\*  $SD_R$  – odchylenie standardowe odtwarzalności międzylaboratoryjnej / standard deviation of interlaboratory reproducibility

Podczas oceny homogeniczności mieszanki HS/17 wystąpiły wyniki wątpliwe (oznaczenie Cl<sup>-</sup>; laboratorium L13; z-score = 2,05) oraz mieszanki HG/17 (oznacze-

nie Cl<sup>-</sup>; laboratorium L6; z-score = 2,12). Zgodnie z dokumentem Polskiego Centrum Akredytacji pt. „Polityka PCA dotycząca wykorzystania badań biegłości w procesach akredytacji i nadzoru laboratoriów” Nr DA-05 [Polskie Centrum Akredytacji 2016], w przypadku wykorzystania wskaźnika z w ocenie uzyskanych wyników, dopuszcza się 20% wyników w grupie wątpliwych, tj. zawartych w przedziale wskaźnika z od 2 do 3.

W tabeli 5 zamieszczono zbiorcze wyniki porównawcze metod badania stopnia wymieszania celem oceny homogeniczności mieszanek paszowych na podstawie uzyskanych danych. Na ich podstawie uczestnicy PT mogą przyjmować niepewności rozszerzone w ocenie jednorodności produktów w urzędowym nadzorze.

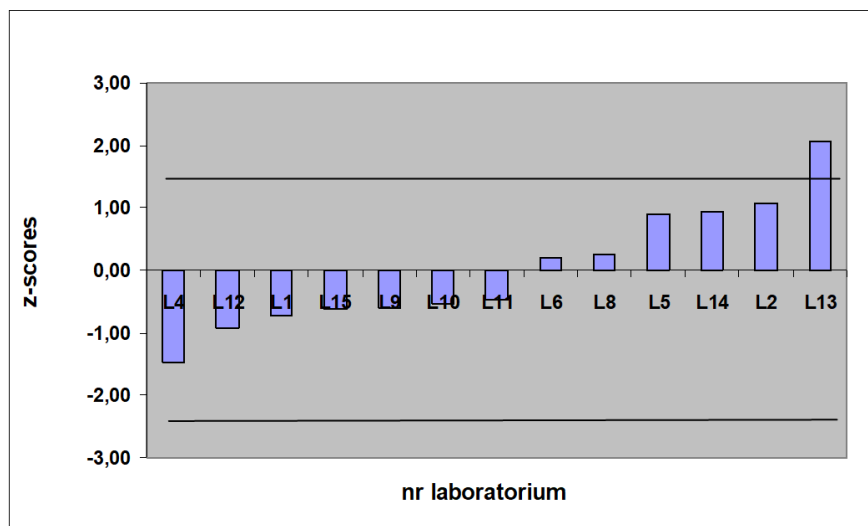
Graficzne przedstawienie wybranych wskaźników z-score uczestników badań biegłości zamieszczono na rysunkach 1 i 2. Laboratoria mogą w ten sposób porównać swoje wyniki z innymi uzyskanymi w teście.

W tegorocznych badaniach wykonano 96 badań homogeniczności, analizując w 180 próbkach pierwotnych zawartość składników kluczowych (576 wyników: 156 – Cl<sup>-</sup>, 156 – Ca, 132 – Zn i 132 – Cu).

Tabela 5. Odchylenie standardowe odtwarzalności, granice odtwarzalności i niepewność rozszerzona w badaniach porównawczych metod oceny homogeniczności pasz na podstawie stopnia wymieszania

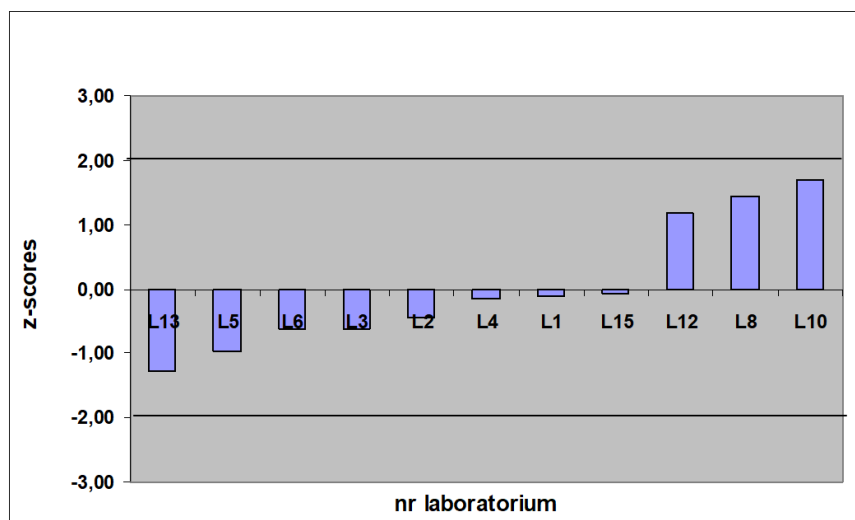
Table 5. Standard deviation of reproducibility, reproducibility limits and expanded uncertainty in comparative studies of feed homogeneity assessment methods based on the degree of mixing

Mieszanka paszowa Compound feed	Badanie Test	Zawartość Content	Wartość przypisana Assigned value $X$ %	Odchylenie standardowe odtwarzalności Standard deviation of reproducibility $SD_R$	Niepewność rozszerzona Expanded uncertainty $U = 2 SD_R$
HS/17 HG/17	chlorki chlorides	2,49 g kg <sup>-1</sup> 3,25 g kg <sup>-1</sup>	4,61 3,14	1,78 1,30	3,56 2,60
HS/17 HG/17	wapń calcium	37,4 g kg <sup>-1</sup> 34,7 g kg <sup>-1</sup>	4,22 1,63	0,94 1,01	1,88 2,02
HS/17 HG/17	cynk zinc	122,5 mg kg <sup>-1</sup> 165,3 mg kg <sup>-1</sup>	3,46 3,20	1,49 1,26	2,98 2,52
HS/17 HG/17	miedź copper	18,1 mg kg <sup>-1</sup> 22,5 mg kg <sup>-1</sup>	5,72 3,51	1,97 1,00	3,94 2,00



Liczba laboratoriów – 13; wyniki zadowolające – 12, wyniki wątpliwe 1; zawartość chlorków – 2,49 g kg<sup>-1</sup>  
 Number of labs – 13; satisfactory results – 12, doubtful results – 1; chloride content – 2.49 g kg<sup>-1</sup>

Rys. 1. Wskaźnik z dla CV chlorków w mieszance paszowej HS/17  
 Fig. 1. Z-score for CV chlorides in compound feed HS/17



Liczba laboratoriów – 11; wyniki zadowolające – 11; zawartość cynku – 122,5 mg kg<sup>-1</sup>  
 Number of labs – 11; satisfactory results – 11; zinc content – 122.5 mg kg<sup>-1</sup>

Rys. 2. Wskaźnik z dla CV cynku w mieszance paszowej HS/17  
 Fig. 2. Z-score for CV zinc in compound feed HS/17

Podczas wieloletnich badań biegłości w zakresie homogeniczności produktów paszowych zebrano dane i uzyskano doświadczenie stanowiące podstawę do opracowania znowelizowanej instrukcji badania jednorodności. W czasie jej opracowywania wykorzystano: raport techniczny Nordtest TR 537 [Podręcznik... 2008], Rozporządzenie Komisji (UE) nr 691/2013 z dnia 19 lipca 2013 r. oraz normę PN-ISO 6498:2012. Zakres przygotowanej instrukcji obejmuje sposób pobrania próbek pierwotnych z partii paszy, przygotowanie próbek do badań, oficjalne metody oznaczania zawartości składnika kluczowego w próbkach pierwotnych, sposób obliczania wyniku i ocenę niejednorodności. Główne zmiany, w porównaniu z dotychczasowymi założeniami, to zwiększenie ilości próbek pierwotnych w próbce seryjnej do 6 sztuk oraz zmniejszenie masy próbki pierwotnej do 100 g. Wartości średnie  $\bar{x}$  zawartości składnika kluczowego z serii sześciu pomiarów wykonywanych w dwóch powtórzeniach obliczane są obecnie z wykorzystaniem wszystkich wyników,  $n = 12$ . Podobnie, odchylenie standardowe  $SD$  obliczane jest dla  $n = 12$ . Otrzymany następnie współczynnik zmienności wyników  $CV_m$  rozkładany jest na dwie składowe: współczynnik zmienności metody  $CV_r$  (powtarzalność) oraz współczynnik zmienności niejednorodności badanego składnika  $CV_h$  (standardowa niejednorodność) według wzoru (2).

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

Po przekształceniu wzoru (2) otrzymujemy wzór na standardową niejednorodność  $CV_h$  (3).

$$CV_h = \sqrt{CV_m^2 - CV_r^2} \quad (3)$$

Akceptowana wartość stopnia wymieszania, miarą którego jest współczynnik zmienności niejednorodności badanego składnika  $CV_h$  wyników badania zawartości składnika kluczowego w sześciu próbkach pierwotnych dla mieszanek paszowych nie powinien przekraczać 10%. Wartość  $CV_h \leq 10\%$  wskazuje na odpowiednie wymieszanie składników mieszanki. Wartości  $CV_h$  powyżej 10% świadczą o niespełnianiu wymogów wymieszania produktu paszowego.

Opracowana instrukcja po otrzymaniu akceptacji Głównego Lekarza Weterynarii będzie obowiązywać w urzędowym nadzorze paszowym.

## PODSUMOWANIE

1. Upoważnione laboratoria ZHW uczestniczące w badaniu biegłości przedstawiły wyniki o zadowalającej jakości (precyzji) oraz rzetelności i są przygotowane do badania stopnia wymieszania (homogeniczności) produktów paszowych na podstawie analizy chlorków, wapnia oraz cynku i miedzi.



2. Uzyskane dane z przeprowadzonych badań biegłości zostały wykorzystane do rozbudowy systemu oceny i interpretacji wyników na potrzeby urzędowego nadzoru w zakresie oceny jednorodności pasz oraz opracowania zmodyfikowanej Instrukcji Głównego Lekarza Weterynarii w tym obszarze.

3. Realizacja badania biegłości umożliwiła uczestnikom obiektywne porównanie swoich wyników z wynikami uzyskanymi w innych laboratoriach.

## PIŚMIENNICTWO

Instrukcja. Ocena homogeniczności mieszanek paszowych na podstawie badania stopnia wymieszania składnika kluczowego (2005). Instytut Zootechniki. Krajowe Laboratorium Pasz w Lublinie, Lublin.

PN-EN ISO 17043:2011. Ocena zgodności. Ogólne wymagania dotyczące badania biegłości.

ISO 13528:2005. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.

PN-ISO 6498:2012. Pasze. Przygotowanie próbek do badań.

Plan Urzędowej Kontroli Pasz, [www.wetgiv.gov.pl](http://www.wetgiv.gov.pl)

Polskie Centrum Akredytacji (2016). Polityka PCA dotycząca wykorzystania badań biegłości w procesach akredytacji i nadzoru laboratoriów. Nr DA-05. Wyd. 6. Warszawa.

Podręcznik obliczania niepewności pomiaru w laboratoriach badawczych. Raport Techniczny Nordtest TR 537. Wersja 3, 2008. Biul. POLLAB 2(51).

Rozporządzenie (WE) nr 882/2004 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 29 kwietnia 2004 r. w sprawie kontroli urzędowych przeprowadzanych w celu sprawdzenia zgodności z prawem paszowym i żywnościowym oraz regułami dotyczącymi zdrowia zwierząt i dobrostanu zwierząt. Dz.U. L 191 z 30.04.2004.

Rozporządzenie Komisji (UE) nr 691/2013 z dnia 19 lipca 2013 r. zmieniające rozporządzenie (WE) nr 152/2009 w odniesieniu do metod pobierania próbek i dokonywania analiz. Dz.U. L 197 z 20.07.2013 r.

Sprawozdania z realizacji zadań laboratorium referencyjnego z lat 2010–2017. Organizacja badań biegłości w zakresie oznaczania stopnia wymieszania makro- i mikroskładników w produktach paszowych. Instytut Zootechniki – Państwowy Instytut Badawczy, Krajowe Laboratorium Pasz, Lublin.

Ustawa z dnia 19 lutego 2010 r. o zmianie ustawy o Inspekcji Weterynaryjnej oraz o zmianie niektórych innych ustaw. Dz. U. Nr 60, poz. 372 z 2010.

## COMPETENCES OF OFFICIAL CONTROL LABORATORIES IN THE RANGE OF TESTING THE HOMOGENEITY OF FEED PRODUCTS

**Abstract.** A method of competence assessing of official control laboratories in the area of testing the homogeneity of feed products is presented. The 14 laboratories of veterinary

hygiene and the reference laboratory (National Laboratory of Feedingstuffs) as an organizer took part in the performed proficiency test. 96 homogeneity tests were carried out, analyzing the content of key components in 180 primary samples. 576 investigation results were obtained: chlorides<sup>-</sup> (156), calcium (156), zinc (132) and copper (132). The obtained data on the degree of mixing of compound feed (coefficients of variation) were lower than 10% – the upper limit value included in the Instruction of the Chief Veterinary Officer. The authorized participating laboratories in the test were presented results of satisfactory quality (precision) and reliability confirming their competence to assess the degree of homogeneity of compound feed based on the analysis of macro- (Cl<sup>-</sup>, Ca) and micronutrients (Zn, Cu) as part of official control feedingstuffs. A revised homogeneity test instruction was developed in which the variability of the analytical method was taken into account.

**Key words:** method, evaluation, homogeneity, feed products