

Interpretacja wyników badań mikroelementowych dodatków paszowych w mieszankach paszowych

Waldemar Korol¹ , Grażyna Bielecka¹ , Jolanta Rubaj¹ , Oksana Brezvyń² ,
Halyna Rudyk² , Igor Kotsiumbas², Halyna Kotsiumbas^{3,1}

¹Instytut Zootechniki Państwowy Instytut Badawczy, Dział Analityki Laboratoryjnej – Krajowe Laboratorium Pasz, ul. Chmielna 2, 20-079 Lublin; waldemar.korol@iz.edu.pl

²Państwowy Instytut Badawczo-Kontrolny Leków Weterynaryjnych i Dodatków Paszowych, ul. Doniecka 11, Lwów, 79019, Ukraina

³Narodowy Uniwersytet Przyrodniczy, ul. Piekarska 50, Lwów, 79010, Ukraina

Wstęp
Mikroelementy, takie jak: żelazo, mangan, cynk i miedź, a także pierwiastki śladowe, jak: kobalt, molibden, selen, jod są stosowane jako dodatki paszowe do mieszanek paszowych dla zwierząt, zgodnie z rozporządzeniem Parlamentu Europejskiego i Rady (WE) nr 1831/2003. Stosowanie dodatków mikroelementów i pierwiastków śladowych do mieszanek paszowych wynika z potrzeby pokrycia zapotrzebowania zwierząt na te pierwiastki w zależności od gatunku, wieku i produktywności.

Dodatek mikroelementu do mieszanki paszowej jest deklarowany przez producenta na etykiecie opakowania lub w dokumentach przewozowych podczas sprzedaży mieszanki paszowej luzem. W przypadku stwierdzenia, że zawartość mikroelementu odbiega od podanej na etykiecie, dopuszcza się tolerancje (tylko techniczne), zgodnie z rozporządzeniem Komisji (UE) nr 939/2010, załącznik IV części B. Zgodność deklaracji z etykietą ocenia się na podstawie wyników badań mikroelementów w mieszankach paszowych. Jeżeli przedziały tolerancji analitycznej ($X \pm U$; wartość średnia $\pm$ niepewność rozszerzona) i tolerancji technicznej nakładają się (mają część wspólną), wynik badania potwierdza deklarację na etykiecie (Dz. U. UE L 277/4 z 21.10.2010).

Stosowane oficjalne metody oznaczania

mikroelementów pozwalają określić całkowitą zawartość badanego dodatku paszowego (mikroelementu) w mieszance paszowej pełnoporcjowej MPP lub mieszance paszowej uzupełniającej MPU, dodaną i występującą w materiałach paszowych stanowiących składniki mieszanek paszowej (naturalne tło) (Dz. U. UE L 51/1 z 26.02.2009).

Wprowadzenie nowego rozporządzenia wykonawczego Komisji (UE) 2024/771 nie rozwiązało tego problemu. Wymienione w tym rozporządzeniu nowe instrumentalne metody badania składników mineralnych w paszach, jak metoda emisyjnej spektrometrii atomowej ze wzbudzeniem w plazmie indukcyjnie sprzężonej (ICP-OES) i metoda spektrometrii mas ze wzbudzeniem w plazmie indukcyjnie sprzężonej (ICP-MS) nadal umożliwiają oznaczanie całkowitej zawartości mikroelementów w mieszankach paszowych – zarówno tych dodanych, jak i naturalnie występujących w materiałach paszowych oraz składnikach mieszanki – nie pozwalają jednak na oznaczenie wyłącznie dodanych składników mineralnych.

Wymienione powyżej mikroelementy występują w materiałach paszowych wchodzących w skład mieszanek paszowych w różnych ilościach, zależnie od pierwiastka i materiału paszowego. W rezultacie, wynik badania danego dodatku zwykle jest wyższy od deklarowanego

na etykiecie. Utrudnia to interpretację wyników badań, a w szczególności potwierdzanie zgodności dodatku deklarowanego na etykiecie z wynikiem badania laboratorium i ocenę zgodności przez inspektora w ramach urzędowego nadzoru.

Problem interpretacji wyników badań mikroelementowych dodatków paszowych dotyczy głównie żelaza, manganu, cynku i miedzi, ponieważ dodatek tych mikroelementów jest porównywalny do ich zawartości w materiałach paszowych, składnikach mieszanki. W przypadku pierwiastków śladowych i jednocześnie dodatków paszowych, takich jak: selen, jod, kobalt, molibden, które występują w materiałach paszowych w niewielkich ilościach, wielokrotnie niższych od poziomów stosowanych dodatków, wpływ naturalnych zawartości tych pierwiastków w materiałach paszowych na interpretację wyników badań mieszanki paszowej w porównaniu z deklaracją na etykiecie jest niewielki.

Przy ocenie zgodności (inspektor inspekcji weterynaryjnej) lub stwierdzeniu zgodności (pracownik laboratorium) wyniku badania zawartości mikroelementu, żelaza, manganu, cynku lub miedzi z deklaracją na etykiecie mieszanki paszowej pełnoporcjowej (MPP) lub mieszanki paszowej uzupełniającej (MPU) należy uwzględnić, że wynik badania ww. mikroelementów w mieszankach paszowych metodami oficjalnymi (Dz. U. UE L 51/1 z 26.02.2009) określa ilość mikroelementu dodaną i zawartą w materiałach paszowych, składnikach mieszanki paszowej. Podczas oceny zawartości żelaza, manganu, cynku lub miedzi w zakresie zgodności z deklaracją na etykiecie, w przypadku wyników badania tych pierwiastków wyższych od wartości deklarowanych należy uwzględnić zawartość danego mikroelementu w materiałach paszowych wchodzących w skład mieszanki paszowej (MPP lub MPU), stanowiących naturalne tło (naturalną zawartość) danego pierwiastka. Zgodnie z zaleceniem, w planie urzędowej kontroli pasz PUKP na rok 2025 – rozdział VI. Interpretacja wyników badań – wynik badania należy skorygować (pomniejszyć) o tę zawartość tła. Otrzymany skory-

gowany wynik wraz z korektą niepewności pomiaru należy ocenić na zgodność z deklaracją na etykiecie (www.wetgiw.gov.pl).

Z drugiej strony, aby zapobiec nadmiernemu wprowadzaniu tych pierwiastków do mieszanek paszowych (przedawkowanie), z uwagi na wymagania środowiskowe i zdrowie zwierząt określone zostały maksymalne zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w mieszankach paszowych pełnoporcjowych (Dz. U. UE L 351/2002 z 30.12.2017, Dz. U. UE L 216/1 z 22.08.2017, Dz. U. UE L 182/7 z 07.07.2016, Dz. U. UE L 186/3 z 24.07.2018, Dz. U. UE L 227/127 z 01.09.2022), których nie należy przekraczać stosując dodatki wymienionych mikroelementów.

Celem pracy jest ocena (oszacowanie) naturalnych zawartości mikroelementów: żelaza, manganu, cynku i miedzi, występujących w materiałach paszowych, składnikach mieszanki paszowej, z uwzględnieniem typowych receptur mieszanek paszowych dla poszczególnych gatunków i grup użytkowych zwierząt gospodarskich na potrzeby oceny zgodności wykonywanej przez inspektora weterynarii lub stwierdzenia zgodności wykonywanej przez laboratorium.

Materiał i metody

Oszacowano zawartości mikroelementów: żelaza, manganu, cynku i miedzi w ziarnie zbóż i wybranych produktach ubocznych przetwórstwa zbóż, nasionach roślin strączkowych i materiałach wysokobiałkowych. Podstawą do oszacowania zawartości tych mikroelementów były wyniki badań prowadzonych do końca 2002 r. w Centralnym Laboratorium Przemysłu Paszowego (CLPP), a od 2003 r. w Instytucie Zootechniki Państwowym Instytucie Badawczym (IZ PIB), w Krajowym Laboratorium Pasz (KLP) w Lublinie w ramach monitorowania pasz w programach wieloletnich IZ PIB, a ostatnio w zadaniach wieloletnich. Badaniom poddano 335 próbek ziarna zbóż i produktów ubocznych, 242 próbki nasion roślin strączkowych i 86 próbek materiałów paszowych wysokobiałkowych. Oce-
na zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi

została wykonana na podstawie wyników badań 653 próbek materiałów paszowych.

Uwzględniono także próbki materiałów paszowych zbożowych i wysokobiałkowych pochodzących z Ukrainy. Ocena dotyczyła głównie ziarna pszenicy, śruty sojowej, soi ekstrudowanej, śruty rzepakowej i wytlóków rzepakowych, śruty słonecznikowej i nasion roślin strączkowych, łubinu, bobiku i grochu. Do badań pozyskano ogółem 95 próbek tych materiałów.

Badania zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi wykonywano metodą płomieniowej absorpcyjnej spektrometrii atomowej FAAS w oparciu o procedury podane w Rozporządzeniu Komisji (WE) nr 152/2009 zał. IV C i w normie PN-EN ISO 6869: 2002 „Pasze. Oznaczanie zawartości wapnia, miedzi, żelaza, magnezu, manganu, potasu, sodu i cynku – Metoda absorpcyjnej spektrometrii atomowej”. Badania wykonywane według normy pozwalają na uzyskanie niższych granic oznaczalności LOQ niż podane w oficjalnej metodzie (LOQ wg rozporządzenia Komisji nr 152/2009/WE wyniosły: Fe – 20 mg/kg, Mn – 20 mg/kg, Zn – 20 mg/kg, Cu – 10 mg/kg; wg normy PN-EN ISO 6869 LOQ: Fe – 5 mg/kg; Mn – 5 mg/kg; Zn – 5 mg/kg; Cu – 5 mg/kg). Badania wykonywane w KLP w Lublinie od 2007 r. były realizowane przy użyciu metod znajdujących się w zakresie akredytacji Polskiego Centrum Akredytacji PCA (AB 856) na zgodność z wymaganiami normy ISO/IEC 17025. W badaniach prowadzonych w CLPP w latach 90. ubiegłego wieku stosowano metodę FAAS, zgodną co do zasady z cytowanymi powyżej metodami oficjalnymi. Wyniki badań żelaza, manganu, cynku i miedzi w próbkach z Ukrainy pozyskano we współpracy z Państwowym Instytutem Badawczo-Kontrolnym Leków Weterynaryjnych i Dodatków Paszowych we Lwowie. Badania były wykonywane metodą FAAS zgodną co do zasady z wyżej wymienionymi metodami.

Wyniki zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w materiałach paszowych zbożowych, materiałach wysokobiałkowych i w nasionach roślin strączkowych, na podstawie poprzednich

badan i badań wykonanych w Krajowym Laboratorium Pasz oraz badań we współpracy z Instytutem we Lwowie, zamieszczono w tabelach 1, 2, 3, 4 i 5.

Zawartość danego mikroelementu, naturalnie występującego w materiałach paszowych wchodzących w skład mieszanki paszowej, X (mg/kg) obliczono korzystając z następującego wzoru [1]:

$$X \text{ (mg/kg)} = u_1 + X_1 + U_2 + \dots U_n \times X_n \quad [1]$$

gdzie:

$u_1 \dots u_n$ – udział n -tego składnika mieszanki paszowej wyrażony w postaci ułamka,

$x_1 \dots x_n$ – zawartość danego mikroelementu w n -tym składniku mieszanki paszowej (mg/kg).

Obliczenie ilości mikroelementów wnoszonych do mieszanki paszowej poprzez materiały paszowe – składniki mieszanki jest proste, gdy znana jest receptura mieszanki paszowej i procentowy udział w niej materiałów paszowych. W takim przypadku korzystamy z równania [1] i zawartości mikroelementów podanych w zbiorczej tabeli 5 (lub, jeżeli jest taka potrzeba, w tabelach 1,2,3,4).

Udział poszczególnych materiałów paszowych w mieszance paszowej zwykle jest nieznan. W przypadku, gdy nie jest znana receptura mieszanki paszowej, należy przyjąć następujące założenia o wzajemnych proporcjach materiałów zbożowych i materiałów wysokobiałkowych (śruta sojowa) w mieszankach paszowych dla zwierząt gospodarskich, w zależności od gatunku i użytkowości zwierząt:

- mieszanki wysokobiałkowe – indyki, brojlery kurze, prosięta – 20–28% białko surowe (BS), 63% zboża, 27% śruta sojowa;
- mieszanki średniobiałkowe – nioski, warchlaki 16–19% BS, 67% zboża, 23% śruta sojowa,
- mieszanki niskobiałkowe – tuczniki, mieszanki dla bydła – 14–16% BS, 73% zboża, 17% śruta sojowa.

Przykład obliczeń na podstawie powyż-

szych założeń i danych z tabeli 5:

Mieszkanka wysokobiałkowa dla kurcząt brojlerów typu starter – żelazo Fe: $0,63 \times 42 \text{ mg/kg} + 0,27 \times 197 \text{ mg/kg} = 26,5 + 53,2 = 79,7 \text{ mg/kg}$. Od uzyskanego wyniku badania żelaza należy odjąć żelazo zawarte w materiałach paszowych (tłło), w tym przypadku $79,7 \text{ mg/kg}$ i uzyskany wynik porównać z deklarowanym dodatkiem żelaza na etykiecie, uwzględniając niepewności pomiaru i dopuszczalne odchylenia techniczne według rozporządzenia Komisji (UE) nr 939/2010.

Wyniki i ich omówienie

Wyniki oceny zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w ziarnie zbóż i produktach pochodnych zamieszczono w tabeli 1. Charakte-

ryzowały się one zmiennością na poziomie 25% (współczynnik zmienności CV).

Wyniki badań CLPP z lat 1988–1997 i KLP z lat 2007–2020 były podobne, a różnice z reguły nie przekraczały 25%. Wyniki badań własnych (Matyka i in., 1990) były z reguły zbliżone do danych tabelarycznych (Grela i Skomiał, 2020; Smulikowska i Rutkowski, 2018).

W przypadku niektórych materiałów zbożowych występowały różnice, ale nie przekraczały wartości współczynnika zmienności 25%. W przypadku danych INRA i DLG według Raw Material Compendium (1996), największe różnice, w porównaniu z danymi własnymi, występowały w przypadku żelaza i manganu w otrębach zbożowych i w suszonych wywarach gorzelnianych DDGS z kukurydzy.

Tabela. 1. Zawartość żelaza, manganu, cynku i miedzi w ziarnie zbóż i produktach ubocznych (mg/kg)
Table 1. Contents of iron, manganese, zinc and copper in grain and by-products (mg/kg)
 (Matyka i in., 1990; Grela i Skomiał, 2020; Smulikowska i Rutkowski, 2018;
 Raw Material Compendium – RMC, 1996)

Materiał paszowy <i>Feed material</i>	Źródło danych <i>Data source</i> Ilość próbek (n) <i>Sample number (n)</i>	Żelazo <i>Iron</i>	Mangan <i>Manganese</i>	Cynk <i>Zinc</i>	Miedź <i>Copper</i>
Pszenica <i>Wheat</i>	Dane/date CLPP (78)	46	36	33	2,5
	Dane/date KLP (10)	35	31	40	3,7
	Tabele/tables	43	26	23	2,7
	RMC INRA	55	40	22	8,0
	RMC DLG	39	30	56	6,0
Otręby pszenne <i>Wheat bran</i>	Dane /date KLP (32)	105	100	84	8,0
	Tabele/tables	127	98	74	9,7
	RMC INRA	170	110	75	10
	RMC DLG	146	117	76	13
Pszenżyto <i>Triticale</i>	Dane/date CLPP (21)	42	40	38	3,0
	Dane/date KLP (10)	29	30	38	4,4
	Tabele/tables	37	26	25	3,4
	RMC INRA		40		
	RMC DLG				10

Jęczmień <i>Barley</i>	Dane/data CLPP (66)	58	18	29	2,6
	Dane/data KLP (10)	34	15	29	3,6
	Tabele/tables	76	22	23	3,2
	RMC INRA	80	15	20	7,0
	RMC DLG	38	16	28	5,3
Żyto <i>Rye</i>	Dane/data CLPP (16)	50	45	33	3,3
	Tabele/tables	60	58	26	3,3
	RMC INRA	70	60	25	6,0
	RMC DLG	45	46	29	4,8
Otręby żytnie <i>Rye bran</i>	Dane/data KLP (8)	58	81	64	5,4
	Tabele/tables	95	72	35	3,9
	RMC DLG	158	88	79	11
Owies <i>Oats</i>	Dane/data CLPP (32)	37	65	65	2,2
	Tabele/tables	52	38	19	3,4
	RMC INRA	80	40	25	5,0
	RMC DLG	57	42	32	4,1
Kukurydza <i>Maize</i>	Dane/data KLP (10)	44	3,7	24	2,3
	Tabele/tables	20	4,0	11	2,4
	RMC INRA	30	6,5	20	3,0
	RMC DLG	28	7,8	27	3,3
DDGS kukurydziany <i>Maize DDGS</i>	Dane/data KLP (32)	116	16	51	4,7
	Tabele/tables	127	17	59	7,6
	RMC INRA	200	25	70	45
	RMC DLG	450	90	76	72

Dane KLP: Wyniki badań mikroelementów w ramach PW IZ PIB w latach 2007–2020

KLP data: Results of microelements testing within the framework of multi-year program of NRLAP in 2007–2020

Wyniki oceny zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w nasionach roślin strączkowych zamieszczono w tabeli 2. Charakteryzowały się one zmiennością (CV) na poziomie 22%. Nie stwierdzono dużych różnic pomiędzy wynikami badań własnych (Matyka i in., 1997) i danymi tabelarycznymi (Grela i Skomiał, 2020; Smulikowska i Rutkowski, 2018) oraz danymi INRA i DLG według Raw Material Compendium (1996), z wyjątkiem manganu w nasionach łubinu białego, którego zawartość według INRA była wielokrotnie wyższa [1900 mg/kg] od stwierdzonej w badaniach własnych [257 mg/kg] (Matyka i in., 1997) i danych tabelarycznych [542 mg/kg]

(Grela i Skomiał, 2020; Smulikowska i Rutkowski, 2018).

Wyniki oceny zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w wysokobiałkowych śrutach poekstrakcyjnych i innych materiałach.

Wyniki oceny zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w wysokobiałkowych śrutach poekstrakcyjnych i innych materiałach wysokobiałkowych, otrzymane na podstawie badań monitorowania pasz wykonywanych w KLP, zamieszczono w tabeli 3. Cechały się one zróżnicowaną zmiennością, charakteryzowaną przez współczynniki zmienności CV(%) dla śrut: sojowej 27%, rzepakowej 19% i słonecznikowej 14%.

Tabela 2. Zawartość żelaza, manganu, cynku i miedzi w nasionach roślin strączkowych (mg/kg)
 Table 2. Contents of iron, manganese, zinc and copper in legume seeds (mg/kg)
 (Matyka i in., 1997; Grela i Skomiał, 2020; Smulikowska i Rutkowski, 2018;
 Raw Material Compendium – RMC, 1996)

Materiał paszowy <i>Feed material</i>	Źródło danych <i>Data source</i> Ilość próbek (n) <i>Sample number (n)</i>	Żelazo <i>Iron</i>	Mangan <i>Manganese</i>	Cynk <i>Zinc</i>	Miedź <i>Copper</i>
Łubin żółty <i>Lupin yellow</i>	Dane/data CLPP (40)	71	110	70	9,8
	Dane/data KLP (6)	63	100	63	8,1
	Tabele/tables	84	57	68	8,8
	RMC DLG	82	32		4,6
Łubin biały <i>Lupin white</i>	Dane/data CLPP (40)	38	257	47	5,5
	Tabele/tables	48	542	43	5,1
	RMC INRA	55	1900	35	6,0
Łubin wąskolistny <i>Narrow-leaved lupin</i>	Dane/data CLPP (40)	56	97	36	4,5
	Tabele/tables	54	37	34	4,0
Bobik <i>Horse bean</i>	Dane/data CLPP (40)	45	16	57	11
	Dane/data KLP (10)	56	12	40	12
	Tabele/tables	56	17	51	9,0
	RMC INRA	75	15	45	10
	RMC DLG	75	28	40	11
Groch <i>Pea</i>	Dane/data CLPP (40)	64	14	43	6,2
	Dane/data KLP	43	13	35	7,1
	Tabele/tables	64	15	60	6,2
	RMC INRA	75	10	40	7,0
	RMC DLG	56	15	21	6,5
Peluszka <i>Field pea</i>	Dane/data CLPP (16)	76	18	49	6,9

Dane KLP: Wyniki badań mikroelementów w ramach PW IZPIB w latach 2007–2020.

KLP data: Results of microelements testing within the framework of multi-year program of the NRIAP in 2007–2020.

Wyniki badań własnych KLP były z reguły zbliżone do danych tabelarycznych (Grela i Skomiał, 2020; Smulikowska i Rutkowski, 2018), z wyjątkiem żelaza i manganu w drożdżach pastewnych i mikroelementów w mączce z plazmy z krwi drobiowej AVP. Dane dotyczące zawartości żelaza w śrutach rzepakowej i sło-

necznikowej oraz w makuchu rzepakowym według DLG (Raw Material Compendium, 1996), okazały się wyższe od wyników badań własnych i danych tabelarycznych (Grela i Skomiał, 2020; Smulikowska i Rutkowski, 2018). W niektórych wyżej wymienionych przypadkach stwierdzone różnice były wielokrotne.

Tabela 3. Zawartość żelaza, manganu, cynku i miedzi w materiałach paszowych wysokobiałkowych (mg/kg)
 Table 3. Contents of iron, manganese, zinc and copper in high protein feed materials (mg/kg)
 (Grela i Skomiał, 2020; Smulikowska i Rutkowski, 2018; Raw Material Compendium – RMC, 1996)

Materiał paszowy <i>Feed material</i>	Źródło danych <i>Data source</i> Ilość próbek (n) <i>Sample number (n)</i>	Żelazo <i>Iron</i>	Mangan <i>Manganese</i>	Cynk <i>Zinc</i>	Miedź <i>Copper</i>
Śruta sojowa <i>Soyabean meal</i>	Dane/data KLP (10)	197	42	43	16
	Tabele/tables	186	38	49	16
	RMC INRA	170	30	55	20
	RMC DLG	141	29	62	17
Śruta rzepakowa <i>Rapeseed meal</i>	Dane/data KLP (10)	155	57	64	4,3
	Tabele/tables	146	50	68	6,4
	RMC INRA	160	55	55	5,0
	RMC DLG	372	67	67	6,0
Makuch Rzepakowy <i>Rapeseed cake</i>	Dane/data KLP (20)	166	62	56	3,1
	RMC INRA	160	55	55	5,0
	RMC DLG	595	53	56	7,8
Śruta słonecznikowa <i>Sunflower meal</i>	Dane/data KLP (5)	182	30	100	29
	Tabele/tables	123	28	66	24
	RMC DLG	472	50	41	26
Drożdże pastewne <i>Fodder yeast</i>	Dane/data KLP (20)	234	4,9	71	11
	Tabele/tables	90	14	92	12
	RMC INRA	100	13	90	15
	RMC DLG	250	37	112	15
Mączka AVP <i>AVP meal</i>	Dane/data KLP (21)	174	4,9	4,7	4,7
	Tabele /tables	998	12	79	50

Dane KLP: Wyniki badań mikroelementów w ramach PW IZPIB w latach 2007–2020.

KLP data: Results of microelements testing within the framework of multi-year program of NRIAP in 2007–2020.

W tabeli 4 zamieszczono wyniki badań zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w materiałach paszowych pochodzących z Ukrainy. Średnie zawartości badanych pierwiastków w ziarnie pszenicy były zbliżone do stwierdzonych w próbkach pszenicy pochodzących z kraju (tab. 1) i mieściły się w granicach odchyleń standardowych zawartości dla ziarna zbóż podanych w tabeli 5.

Również w przypadku śrut wysokobiałkowych i nasion roślin strączkowych zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w materiałach z Ukrainy, zamieszczone w tabeli 4, były podobne do stwierdzonych w materiałach wysokobiałkowych dostępnych na krajowym rynku (tab. 2, 3, 5).

Tabela 4. Średnie zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w materiałach paszowych z Ukrainy z uwzględnieniem zmienności wyników badań mikroelementów ($X \pm SD$, mg/kg)

Table 4. Average contents of iron, manganese, zinc and copper in feed materials from Ukraine, taking into account the variability of microelement tests ($X \pm SD$, mg/kg)

Materiał paszowy <i>Feed material</i> Ilość próbek (n) <i>Sample number (n)</i>	Żelazo <i>Iron</i> $X \pm SD$	Mangan <i>Manganese</i> $X \pm SD$	Cynk <i>Zinc</i> $X \pm SD$	Miedź <i>Copper</i> $X \pm SD$
Ziarno pszenicy (15) <i>Wheat grain (15)</i>	44±11	32±8,3	39±9,1	3,4±0,9
Śruta sojowa (11) <i>Soybean meal (11)</i>	122±54	31±10	44±3,6	14±0,3
Soja ekstrudowana (10) <i>Soybean extruded (10)</i>	149±44	42±3,7	43±3,8	13,8±0,8
Śruta rzepakowa (6) <i>Rapeseed meal (6)</i>	160±57	66±8,8	70±7,8	5,0±0,2
Wytłoki rzepakowe (4) <i>Rapeseed expeller (4)</i>	181±7,5	53±1,7	42±1,3	2,9±0,2
Śruta słonecznikowa (5) <i>Sunflower meal (5)</i>	178±62	29±4,1	100±6,0	30±2,0
Łubin żółty (10) <i>Lupin yellow (10)</i>	63±15	100±33	63±13	8,1±1,4
Bobik (17) <i>Horse bean (17)</i>	54±13	11±2,5	41±4,3	12±1,7
Groch (10) <i>Pea (10)</i>	43±11	13±3,4	35±7,7	7,1±0,7
Drożdże na otrębach pszennych (7) <i>Yeast on wheat bran (7)</i>	91±12	6,8±1,9	78±22	7,9±2,9

SD – odchylenie standardowe; X – wartość średnia; SD – standard deviation; X – mean.

W tabeli 5 zamieszczono średnie zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w podstawowych materiałach paszowych jako uśrednione dane z badań własnych. Podano też odchylenia standardowe SD charakteryzujące zmienność uzyskanych wyników badań mikroelementów.

Wyniki badań własnych przyjęto jako podstawę do oszacowania zawartości mikroelementów w podstawowych materiałach paszowych (poziom tła) wchodzących w skład mieszanek paszowych dla zwierząt gospodarskich.

Tabela 5. Średnie zawartości żelaza, manganu, cynku i miedzi w podstawowych materiałach paszowych z uwzględnieniem zmienności wyników badań mikroelementów ($X \pm SD$, mg/kg)Table 5. Average contents of iron, manganese, zinc and copper in primary feed materials, taking into account the variability of trace elements tests ($X \pm SD$, mg/kg)

Materiał paszowy Feed material Ilość próbek (n) Sample number (n)	Żelazo Iron $X \pm SD$	Mangan Manganese $X \pm SD$	Cynk Zinc $X \pm SD$	Miedź Copper $X \pm SD$
Ziarno zbóż (25) Cereal grain (25)	42±10	31±8,0	36±9,0	3,1±0,8
Otręby pszenne (25) Wheat bran (25)	105±26	100±25	84±21	8,0±2,0
DDGS pszenne (25) Wheat DDGS (25)	77±19	77±19	51±19	8,0±2,0
DDGS kukurydziany (25) Maize DDGS (25)	116±29	16±4,0	51±13	5,0±1,2
Śruta sojowa (27) Soybean meal (27)	197±53	42±11	43±12	16±4,3
Śruta rzepakowa (19) Rapeseed meal (19)	155±29	57±11	64±12	4,3±0,8
Śruta słonecznikowa (14) Sunflower meal (14)	182±25	30±4,2	100±14	29±4,1
Łubin żółty (22) Lupin yellow (22)	67±15	105±23	67±15	9,0±2,0
Bobik (22) Horse bean (22)	51±11	14±1,7	49±11	12±2,6
Groch (22) Pea (22)	54±12	14±1,7	39±8,6	6,6±1,4

SD – odchylenie standardowe; X – wartość średnia; SD – standard deviation; X – mean.

Zanieczyszczenie mikroelementami materiałów i dodatków mineralnych

W produkcji mieszanek paszowych stosowane są często mineralne materiały paszowe lub dodatki paszowe, np. technologiczne, które mogą zawierać znaczące ilości mikroelementów. Przykładem może być tlenek magnezu, stosowany w mieszankach paszowych dla krów, który – zależnie od producenta – może zawierać żelazo w ilości 53 g/kg (dane na podstawie badań własnych). Wprowadzenie takiego tlenku magnezu do mieszanki paszowej w ilości 0,2% spowodowałoby wzrost zawartości żelaza w tej mieszance o 106 mg/kg, utrudniając ocenę zgodności tego

pierwiastka z deklaracją. Podobny problem zanieczyszczenia żelazem dotyczył wermikulitu, glinokrzemianu magnezowo-żelazowego, stosowanego jako dodatek technologiczny w produkcji mieszanek paszowych. W zależności od pochodzenia, wermikulit zawierał żelazo w ilościach od 30 do 60 g/kg, co uniemożliwiało jego wykorzystanie do celów paszowych, ponieważ 1% dodatek wermikulitu mógł powodować przekroczenie maksymalnej zawartości żelaza w mieszance paszowej (750 mg/kg). W przypadku wermikulitu problem dotyczył także zanieczyszczeń innymi pierwiastkami: manganem, cynkiem i miedzią, chociaż w mniejszym stopniu. Prawdopodobnie

dlatego wermikulit został usunięty z Rejestru dodatków paszowych UE z końcem 2022 r. Alternatywnym dodatkiem technologicznym jest perlit, o niższym poziomie zanieczyszczenia żelazem. Producenci pasz kontrolują jakość mineralnych materiałów paszowych, aby nie dopuścić do nadmiernych zanieczyszczeń. Podczas badania zgodności dodatku mikroelementów z danymi na etykiecie należy dążyć do poznania obecności i wpływu składników, które mogą utrudnić ocenę deklaracji producenta.

Wnioski

1. Oficjalne metody badania mikroelementów: żelaza, manganu, cynku i miedzi w mieszankach paszowych nie pozwalają na oznaczanie dodanej ilości mikroelementu wraz z premiksem, która deklarowana jest na etykiecie mieszanki paszowej, lecz na oznaczenie całkowitej zawartości mikroelementu, dodanej i zawartej w materiałach paszowych – składnikach mieszanki.
2. Aby prawidłowo ocenić deklarację dodatku paszowego w mieszance paszowej – w tym przypadku żelaza, manganu, cynku i miedzi – należy uwzględnić naturalnie występującą zawartość danego składnika

w materiałach paszowych wchodzących w skład mieszanki paszowej.

3. Podane w pracy równanie pozwala na oszacowanie zawartości mikroelementów: żelaza, manganu, cynku i miedzi w materiałach paszowych wchodzących w skład mieszanki paszowej.
4. Dokonanie poprawnej oceny zgodności / stwierdzenia zgodności wyniku badania danego mikroelementu z jego deklaracją na etykiecie mieszanki paszowej, wymaga skorygowania (pomniejszenia) wyniku badania o oszacowaną według tej pracy endogenną zawartość danego mikroelementu w materiałach paszowych – składnikach mieszanki (zawartość tła).
5. Otrzymany skorygowany wynik (wraz z korektą niepewności pomiaru) należy ocenić na zgodność z deklaracją na etykiecie, uwzględniając dopuszczalne odchylenia techniczne podane w rozporządzeniu Komisji (UE) nr 939/2010.

*Przy obliczaniu całkowitej zawartości żelaza w paszy nie uwzględnia się ilości żelaza obojętnego (sprostowanie do rozporządzenia Komisji (UE) 2017/2330 – Dz. Urz. UE 351/202 z 30.12.2017).

Literatura

- Grela E.R., Skomiał J. (red.) (2020). Zalecenia żywieniowe i wartość pokarmowa pasz dla świń. Wyd. IFŻŻ PAN, Jabłonna.
- Guidance document on the handling of analytical tolerance in the assessment of test results in official feed control. VDLUFA, Ref. Ares (2019) 4677281-18/07/2019.
- ILAC-G8: 09/2019, Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity.
- Matyka S., Korol W., Jaśkiewicz T., Bartuzi G. (1990). Tabele składu chemicznego ziarna zbóż, CLPP Lublin.
- Matyka S., Korol W., Jaśkiewicz T., Bielecka G. (1997). Skład chemiczny i wartość pokarmowa nasion roślin strączkowych, CLPP Lublin.
- PN-EN ISO 6869 Pasze: Oznaczanie zawartości wapnia, miedzi, żelaza, magnezu, manganu, potasu, sodu i cynku. Metoda absorpcyjnej spektrometrii atomowej.
- PN-EN ISO/IEC 17025:2018-02. Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących.
- Raw Material Compendium (RMC) (1996). Novus International, Brussels – RMC INRA – dane INRA (Francja); RMC DLG – dane DLG (Niemcy).

- Rejestr dodatków paszowych UE: <https://ec.europa.eu/food/food-feed-portal/screen/feed-additives/search>
- Rozporządzenie (WE) nr 1831/2003 Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 22 września 2003 r. w sprawie dodatków paszowych stosowanych w żywieniu zwierząt. Dz. U. UE L 268, 18/10/2003 str. 0029–0043.
- Rozporządzenie Komisji (UE) nr 939/2010 z dnia 20 października 2010 r. zmieniające załącznik IV do rozporządzenia (WE) nr 767/2009 dotyczący dopuszczalnych tolerancji w odniesieniu do etykietowania składu materiałów paszowych lub mieszanek paszowych. Dz. U. UE L 277/4 z 21.10.2010.
- Rozporządzenie Komisji (WE) nr 152/2009 ustanawiające metody pobierania próbek i dokonywania analiz do celów urzędowej kontroli pasz. Dz. Urz. UE L 54/1 z 26.02.2009.
- Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) 2016/1095 z dnia 6 lipca 2016 r. dotyczące zezwolenia na stosowanie związków cynku jako dodatków paszowych w żywieniu zwierząt. Dz. U. UE L 182/7 z 7.7.2016.
- Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) 2017/1490 z dnia 21 sierpnia 2017 r. dotyczące zezwolenia na stosowanie związków manganu jako dodatków paszowych w żywieniu zwierząt. Dz. U. UE L 216/1 z 22.8.2017.
- Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) 2017/2330 z dnia 14 grudnia 2017 r. dotyczące zezwolenia na stosowanie związków żelaza jako dodatków paszowych w żywieniu zwierząt. Dz. U. UE L 351/202 z 30.12.2017.
- Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) 2018/1039 z dnia 23 lipca 2018 r. dotyczące zezwolenia na stosowanie związków miedzi jako dodatków paszowych w żywieniu zwierząt. Dz. U. UE L 186/3 z 24.7.2018.
- Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) 2022/1445 z dnia 31 sierpnia 2022 r. dotyczące zezwolenia na stosowanie chelatu miedzi z aminokwasami jako dodatku paszowego w żywieniu zwierząt. Dz. U. UE L 227/127 z 1.9.2022.
- Rozporządzenie wykonawcze Komisji (UE) 2024/771 z 29 lutego 2024 r. zmieniające Rozporządzenie Komisji (WE) nr 152/2009 ustanawiające metody pobierania próbek i dokonywania analiz do celów urzędowej kontroli pasz. Dz. Urz. UE L, 2024/771, 15.3.2024.
- Smulikowska S., Rutkowski A. (red.) (2018). Zalecenia żywieniowe i wartość pokarmowa pasz dla drobiu. IFŻŻ PAN, Jabłonna.
- Wytyczne dotyczące zasad podejmowania decyzji i stwierdzeń zgodności. ILAC-G8:09/2019 (www.pca.gov.pl).

INTERPRETATION OF THE TEST RESULTS OF TRACE ELEMENT FEED ADDITIVES IN FEED MIXTURES

Summary

The work concerns the interpretation of test results of trace element additives, such as iron, manganese, zinc, and copper, in feed mixtures. The official methods of testing for trace elements in feed mixtures allow for the determination of their total content, added with premixture and contained in feed materials which are components of the feed mixture. To properly assess the feed additive declaration in the feed mixture, the content of the given micronutrient in the feed materials that make up the feed mixture must be taken into account. The paper presents an equation that allows for estimating the content of micronutrients, iron, manganese, zinc, and copper in feed materials that make up the feed mixture. To make a correct assessment of the conformity/confirmation of the result of the analysis of a given micronutrient with its declaration on the label of the feed mixture, the analysis result should be corrected (reduced) by the estimated content of the given micronutrient in the feed materials – the components of the mixture (background content). The adjusted result received (along with the measurement uncertainty correction) should be evaluated for compliance with the declaration on the label, taking into account the permissible technical deviations given in Commission Regulation (EU) No 939/2010.

Key words: feed mixtures, trace elements, test results, feed additive declaration