

Afdeling Diergeneesmiddelen 1986-07-08

RAPPORT 86.69

Pr.nr. 404.0600

Onderwerp: Onderzoek naar de invloed van het produktieproces op het gehalte van carbadox in varkensvoerders. Effect van de conditioneertemperatuur en persen.

Voorgaand verslag: 85.32.

Bijlagen: 2

Verzendlijst: directeur, directie VKA, sektorhoofd, afd DGM (2x),
 projektbeheer, projekteider, bibliotheek (1x),
 circulatie, Hendrix Voeders BV (2x), Cehave NV/CCL
 (2x), directie VZ.

Project: Onderzoek naar het voorkomen, gehalte en stapeling van diverse diergeneesmiddelen in landbouw en visserij produkten.

Project: Onderzoek naar de invloed van het productieproces op het gehalte aan carbadox in varkensvoerders. Effect van de conditio-
neertemperatuur en persen.

Bijlagen: 85.32.

Doel:

Nader bekijken in hoeverre de conditioneer- en perstemperatuur van invloed is op de stabiliteit van twee carbadoxformuleringen onder laboratorium- en praktijkomstandigheden.

Samenvatting:

Uitgaande van hetzelfde basismateriaal (10% voormengsel) zijn op 50 kg en 2000 kg schaal mengvoerders bereid met een te verwachten gehalte van 50 mg/kg. Hierbij zijn de conditioneringstemperatuur en -duur gevarieerd. Tijdens de verschillende stadia van de mengvoederbereiding zijn monsters genomen en onderzocht op gehalte carbadox en vluchtige bestanddelen. De proeven zijn uitgevoerd bij Hendrix Voeders B.V. en Cehave N.V. Onderzocht werden mecadox^R (Pfizer) en enterodox (lococar-badox).

Conclusie:

Er is slechts een beperkt effect geconstateerd van de conditioneertemperatuur en -duur en het persproces op het gehalte carbadox in de mengvoerders. Maximaal 4-10% lagere gehalten resulteren. Reeds voor het conditioneren is in het koude meel ongeveer 10% van de gedoseerde hoeveelheid niet meer terug te vinden in het persmeel. Het is van groot belang de 10% voormengsels, voordat ze verwerkt worden tot premix en in voeder,; te controleren op gehalte carbadox.

Verantwoordelijk: drs M.M.L. Aerts

Medewerkers/samenstellers:

RIKILT: drs M.M.L. Aerts; K. Strating

Hendrix Voeders BV: C. Jansse; ir G. v.d. Hazelkamp

CCL/Cehave NV: dr R. Margry; ir G. van Grunsven

Projectleider: W. Beek

1. Inleiding

In de praktijk wordt bij de controle van varkensvoerders op de groeibevorderaar carbadox (CBX) nogal eens een (te) laag gehalte geconstateerd. Het gedeclareerde gehalte (50 mg/kg) wordt dan niet teruggevonden. Deze afwijkende gehalten kunnen het gevolg zijn van storingen in de analyse (onvolledige extractie of ontleding) of storingen in het productieproces (verlies door manier van doseren, door stuiven of door ontleding tijdens conditioneren pelleteren en/of opslag). De afgelopen periode is met name vanuit het RIKILT aandacht besteed aan de analytische problematiek. Dit heeft geresulteerd in het optimaliseren van een in de litt. beschreven HPLC-methode en het opzetten van een gemeenschappelijk onderzoek in Nederland en België (1,2). Gesteld kan worden dat met deze methode betrouwbaar het CBX-gehalte in mengvoerders en voormengsels vastgesteld kan worden. Aansluitend is een aantal voederexperimenten opgezet waarbij het gehalte CBX onder modelpraktijkomstandigheden (3) en onder praktijkomstandigheden (4) gevolgd is. Onder modelomstandigheden (uitgebreid toezicht tijdens de voederbereiding met Mecadox^R materiaal) werd 100% van het toegevoegde CBX teruggevonden. Bij de andere proef was reeds vóór het conditioneren zo'n 7% verdwenen en verdween tijdens het proces nogmaals 10-15% van de (loco)-carbadox.

Een en ander was aanleiding om met name het pelleteerproces nader te bestuderen onder gecontroleerde omstandigheden en zodoende een beter beeld te krijgen van kritische produktiestappen. Bovendien kon ook carbadox afkomstig van verschillende bronnen onderzocht worden.

Opzet van het onderzoek

Er is uitgegaan van twee 10%-voormengsels (Mecadox^R en Enterodox). Zowel de Cehave NV als Hendrix kregen dit materiaal om daaruit hun eigen premixen te bereiden.

Bij Hendrix-Voeder BV werd op 2000 kg schaal voeder bereid door 0,4% van een 1,25% voormengsel toe te voegen. Er werden monsters verzameld van premixen, persmelen en pellets zoals te zien is in bijlage 1. Alle monsters zijn zowel bij Hendrix als het RIKILT onderzocht. Steeds is hetzelfde materiaal bij een hoge T (70 °C) als een lage (45 °C) T geconditioneerd.

Op de pilotplant van de Cehave NV zijn van de 10%-voormengsels 1,0% premixen gemaakt. Op de laboratoriumpersopstelling werden steeds kleine partijtjes pellets bereid uit hetzelfde koude persmeel. Er werden monsters verzameld van persmeel, voormengsels, premixen en pellets zoals te zien in bijlage 2. Om de invloed van de conditioneertijd te bestuderen zijn geconditioneerde melen gedurende een wisselende tijd op temperatuur gehouden en vervolgens afgekoeld. Alleen van het kort (1 minuut) geconditioneerde meel werden pellets gemaakt. Deze pellets werden ofwel met geforceerde lucht ofwel in de diepvries (-20°C) gekoeld. Alle monsters zijn alleen bij het RIKILT onderzocht.

Discussie en resultaten

In tabel 1 zijn de analyseresultaten van de Hendrix-proef weergegeven. De gehalten "as such" zijn zowel door Hendrix als door het RIKILT gemeten. Alle volgende kolommen zijn gebaseerd op de RIKILT cijfers.

Na de kolom met de vochtgehalten (4 hr , 80°C in vacuo) staan de gehalten op droge stof basis vermeld. Om een goed vergelijk tussen de Meca^Rdox en Loco-CBX resultaten mogelijk te maken zijn de Mexadox^R gehalten op droge stof vermenigvuldigd met de verhouding van de gevonden gehalten in de premixen. Vervolgens is het gehalte van het koude persmeel op 100% gesteld om het verloop tijdens het conditioneren en persen te vervolgen. Tenslotte geeft de laatste kolom aan wat het gehalte ("as such") geweest zou zijn als de premix, zoals tenslotte de bedoeling was, 1,25% CBX zou bevatten. Vergelijking van het dan verkregen gehalte met 50 mg/kg geeft dan een indicatie van de doseer- en mengverliezen, voor het persmeel en het gehalte in de uiteindelijke pellets dat geresulteerd zou hebben.

In tabel 2 zijn de resultaten van de (RIKILT)analyses van de Cehave NV exercitie weergegeven.

Uit de resultaten volgt dat zowel bij de grote als de kleine proefopzet reeds in het koude persmeel zo'n 10% van het toegevoegde CBX verdwenen is. Dit op basis van de 0,4% dosering van een 1,25% premix resp. 0,5% van een 1,0% premix (zie laatste kolom in de tabellen). Wanneer gekeken wordt naar de gehalten als zodanig dan lijken bij mecadox monsters de verliezen het grootst.

Dit wordt echter veroorzaakt door het lage gehalte van het 10% voormengsel waardoor reeds bij de dosering van het voormengsel een fout gemaakt wordt wanneer klakkeloos uitgegaan wordt van een gehalte van 10%. Bij de Cehave NV lijkt wat voormengsel overgedoseerd te zijn. Vervolgens blijkt uit de tabellen dat tijdens het conditioneren en persen onder praktijkomstandigheden toch zo'n 5 à 10% CBX verloren gaat. Gemiddeld genomen lijkt de Loco-CBX wat meer te verliezen. In de laboratoriumopzet is nauwelijks sprake van ontleding tijdens het conditioneren en pelleteren. Hoewel de meelanalyses niet erg dupliceerbaar zijn duiden de resultaten zeker niet op een sterker CBX-verlies bij hogere temperatuur en een langere verblijftijd. Ook uit de grote praktijkproef komt geen duidelijke temperatuursinvloed naar voren hoewel ook hierin misschien de Loco-CBX wat gevoeliger lijkt. Vergelijking van de resultaten gemeten door Hendrix en het RIKILT laat zien dat deze i.h.a. zeer goed correleren hoewel mogelijk voor de premix- en voormengselanalyse nog wel uitwisseling van kennis gewenst lijkt.

Concluderend kan gesteld worden dat ook nu vastgesteld is dat onder modelomstandigheden geen conditioneer- en pelleteerinstabiliteit van betekenis is gebleken. Opvallend is wel het 10-15% verlies dat opgetreden is na mengen van het meel en de premix. Daarom zou onderzoek naar de produktieverliezen in deze voorfase en nader praktijkonderzoek voor wat betreft het persen door de mengvoederindustrie opgezet kunnen worden. Daarnaast lijkt het van belang alle voormengsels vóór bewerking tot premixen te controleren op gehalte.

Referenties

1. RIKILT intern analysevoorschrift A 394.
2. Concept publikatie voor Journal Assoc. Official Analytical Chemists (inmiddels geaccepteerd).
3. L. Jager, M.M.L. Aerts, H. Sloetjes, G.J. de Graaf, De Molenaar, 35, 1003 (1985).
4. Vertrouwelijk RIKILT-rapport 85.32.

Tabel 1. Hendrix-BV. 1000 kg schaal

	"as such"		Vocht(%)	Op droge stof	Gecorrigeer.*		**
	Hendrix	RIKILT					
Mecadox							
voormengsel	9.22%	8.94%					
premix (1.25%)	1.01%	1.06 + 0.03%					
koud persmeel	38.4	38.4 ± 2.2	10.8	43.0	50.3	100%	45.3
lage T conditionering (44°C) warm meel	38.8	40.0 ± 1.6	12.0	45.5	53.2	106%	
(64°C) warme pellets	38.4	37.7 ± 1.9	9.7	41.7	48.8	97%	
gekoelde pellets	35.1	35.2 ± 0.1	11.5	39.8	46.6	93%	41.5
hoge T conditionering (64°C) warm meel	39.0	36.3 ± 1.7	13.1	41.8	48.9	97%	
(73°C) warme pellets	38.2	37.6 ±	9.7	41.6	48.7	97%	
gekoelde pellets	38.3	36.4	11.5	41.1	48.1	96%	42.9
Loco-CBX							
voormengsel	10.25%	10.04%					
premix (1.25%)	1.17%	1.24 ± 0.03					
koud persmeel	46.6	46.0	10.6	51.5	51.5	100%	46.4
lage T conditionering (47°C) warm meel	45.5	43.8	12.0	49.8	49.8	97%	
(66°C) warme pellets	46.9	42.1 ± 1.1	9.2	46.4	46.4	90%	
gekoelde pellets	44.8	43.6	11.2	49.1	49.1	95%	44.0
hoge T conditionering (66°C) warm meel	40.7	37.2 ± 1.2	13.1	42.8	42.8	83%	
(76°C) warme pellets	42.7	43.4	9.9	48.2	48.2	94%	
gekoelde pellets	40.0	41.0	11.6	46.4	46.4	90%	41.3

- Alle gehalten van het RIKILT geven het gemiddelde van meerdere metingen weer.
- Alle gehalten zijn in mg/kg tenzij anders staat vermeld.
- Dosering gebaseerd op: 0.4% toevoeging v/e 1.25% voormengsel.

* gecorrigeerd voor gehalte premix: $\frac{1.24}{1.06}$ * gehalte op droge stof basis.

** gehalte wanneer voormengsel 1.25% geweest zou zijn.

(= gehalte "as such" * $\frac{1.25}{1.06}$; $\frac{1.25}{1.24}$)

Tabel 2. Cehave-NV. 50 kg schaal

	"as such"	Vocht (%)	Op droge stof	Gecorrigeerd*		**
Mecadox						
voormengsel	8.94%					
premix (1%)	0.98%					
koud persmeel	42.1	9.8	46.7	53.4	100%	43.0
1 min. 50°C	40.2 + 1.5	11.1	45.2	51.7	97%	
1 uur 50°C	40.7	11.3	45.9	52.5	98%	
1 min. 70°C	40.8 + 2.4	12.8	48.8	55.8	104%	
1 uur 70°C	44.2 + 2.5	12.7	50.6	57.8	108%	
pellets (75°C)	41.4	11.8	46.9	53.6	100%	42.2
(van 70°C-meel)						
pellets (68°C)	43.4 + 1.9	10.9	48.7	55.7	104%	44.3
(van 50°C-meel)						
Loco-CBX						
voormengsel	10.04%					
premix	1.12%					
koud persmeel	49.4	9.9	54.8	54.8	100%	44.1
1 min. 50°C	46.3 + 3.6	11.3	52.2	52.2	95%	
1 min. 50°C	45.7 + 4.1	11.5	51.6	51.6	94%	
1 min. 70°C	46.3 + 6.7	12.5	52.9	52.9	97%	
1 uur 70°C	48.1 + 5.6	13.1	55.3	55.3	101%	
pellets (70°C)	46.4 + 1.6	12.0	52.7	52.7	96%	41.4
(van 70°C-meel)						
pellets (65°C)	48.7 + 2.0	10.7	54.5	54.5	99%	43.5
(van 50°C-meel)						

- Alle gehalten geven het gemiddelde van meerdere metingen weer.
- Alle gehalten zijn in mg/kg tenzij anders staat vermeld.
- Dosering gebaseerd op: 0.5% toevoeging v/e 1.0% voormengsel.

* gecorrigeerd voor gehalte voormengsel: $\frac{1.12}{0.98}$ * gehalte op droge stof basis.

** gehalte wanneer premix 1.0% geweest zou zijn.

$$("as\ such" * \frac{1.0}{0.98} ; \frac{1.0}{1.12})$$

Proef: Stabiliteit carbadox

Product: biba extra korrel zie bijgaande samenstelling.

A = 10% Mecadox (1000 kg)

B = 10% Loco-CBX (1000 kg)

	Monsters		Bemonstering
	Mengsel A	Mengsel B	
	1A	1B	VM-mengsel
	2A	2B	Koud persmeel 10 deelmonsters uit inloop van de persmeelbunker
Conditione- ring op lage temperatuur	3.A.1 t=44°C	3.B.1 t=47°C	Warm persmeel 5 deelmonsters uit inloop pers
	4.A.1 t=64°C	4.B.1 t=66°C	Warme pellets 5 deelmonsters onder de pers
	5.A.1	5.B.1	Gekoelde pellets 5 deelmonsters na de koeler
Conditione- ring op hoge temperatuur	3.A.2 t=64°C	3.B.2 t=67°C	Warm persmeel 5 deelmonsters uit inloop pers
	4.A.2 t=73°C	4.B.2 t=76°C	Warme pellets 5 deelmonsters onder de pers
	5.A.2	5.B.2	Gekoelde pellets 5 deelmonsters na de koeler

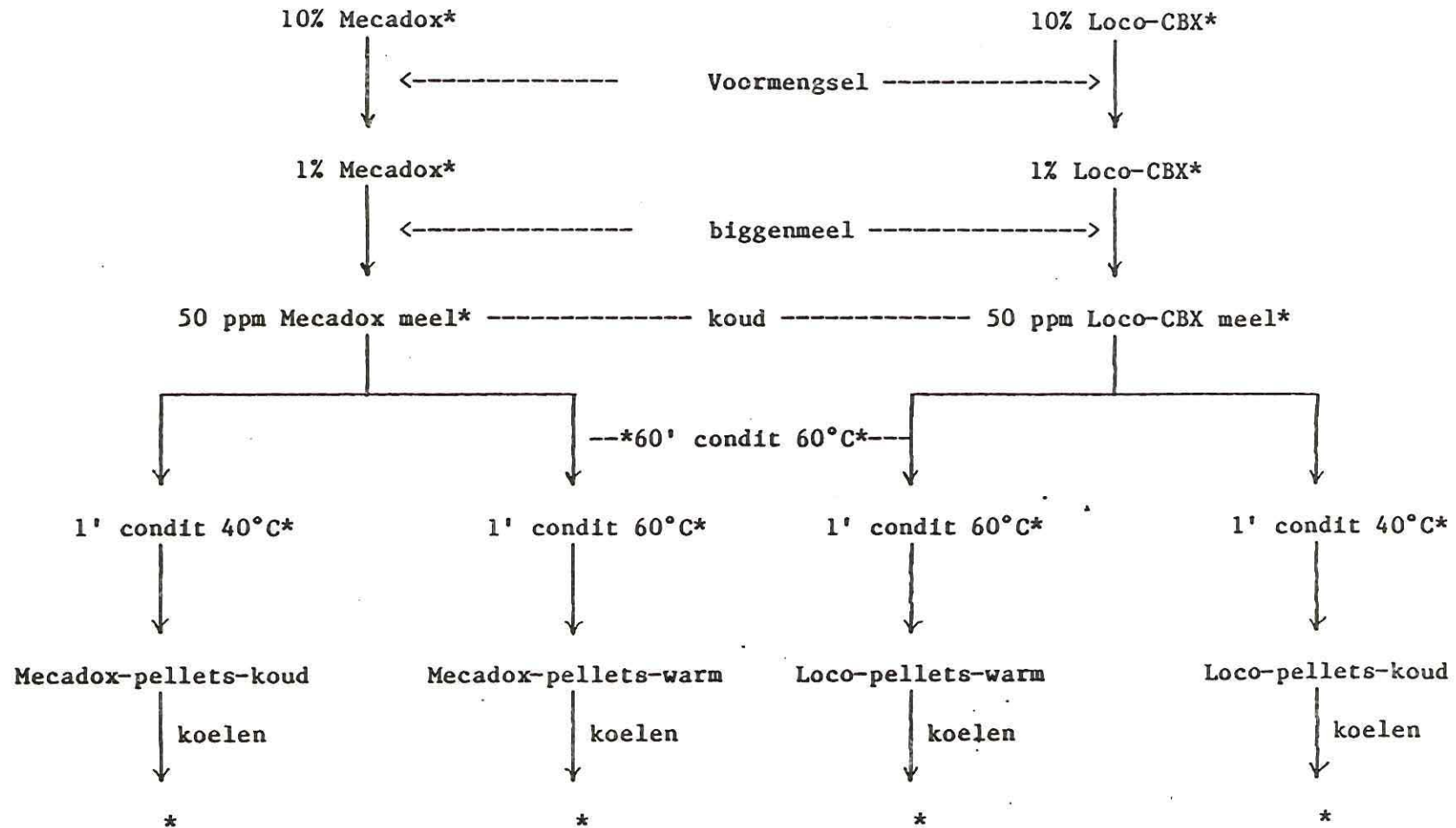
Opgenomen stroom van de pers was voor beide mengsels gelijk:

1. lage temp. conditionering : I = 55 A

2. hoge temp. conditionering : I = 47 A

De monsters 4.A.1, 4.A.2, 4.B.1 en 4.B.2 zijn gekoeld zonder geforceerde koellucht.

Monsterschema



* zijn te nemen monsters

C.H.V.

Bylage 2