

# L'ASSURANCE DE QUALITÉ AVEC LES NOUVEAUX MICROTRACERS F

## Les Principes

Les Microtracers F sont des particules de fer de même taille et colorés que l'on identifie comme des marqueurs inoffensifs et qui sont employés dans l'alimentation animale. Quand on les met dans les prémélanges ils servent à étiquettes internes pour les micro-ingrédients.

Alors l'alimentation finale contient les micro-ingrédients et le microtracer tous les deux et l'on peut essayer les échantillons de l'alimentation finale ou du prémélange pour le Microtracer dans moins d'une minute.

Microtracers peuvent fournir la confirmation immédiate qu'un mélange est compétent ou une réponse prompte aux questions du champ concernant les suppléments justes de vitamines ou de médicaments.

Les Microtracers-F au fond de fer, divergent de Microtracers au fond de graphite (Microtracers G) en premier lieu par la possibilité de la découverte plus rapide et plus facile.

On sépare les Microtracers F par magnétisme, non par sédimentation. On ne détruit pas l'échantillon, ni le chloroforme ni autre dissolvant halogène sont nécessaires. On peut essayer des échantillons gros comme 500 grammes plus facilement que les échantillons de 25 grammes que permettent le procédé de sédimentation.

## LA SPECIFICATION

Les Microtracers F se composent de fer gréseux (95% passent une maille de 35 mais ils sont retenus sur une maille de 100). Ils sont couverts d'un ou autre de plusieurs couleurs certifiées pour la nourriture et stabilisés avec le carbonate de sodium. Ces couleurs comprennent bleu, rouge, orange, vert et des combinaisons variées. On peut distinguer chacun en présence des autres; ni des pigments naturels des plantes ni des produits additifs colorés dérangent la découverte de Microtracers F. Les couleurs orange et rouge sont assez efficaces que le bleu ou le vert.

Les Microtracers résistent à la fabrication de boulettes et en général ils demeurent fixés en mélange ou en boulette durant six mois ou plus. Il se peut que les microtracers ne soient pas fixés en couleur dans les prémélanges qui contiennent propylène glycol, choline chlorhydrique ou eau ajoutée. En tout cas, on doit essayer d'avance pour confirmer la stabilité de Microtracers en usage précis.

Les Microtracers F contiennent 25,000 minuscules particules par gramme, sujet au coefficient d'une variation de Microtracers sont créés pour éviter la perte aux écrémeuses magnétiques dans les moulins d'alimentation animale quoique d'usage on peut ôter 10% à 15% en employant de tels aimants.

Les recouvrements traceurs d'usage moyennent 80% de la spécification dans l'alimentation en mélange et 65% dans les boulettes.

## L'USAGE ET LA QUANTITÉ

1. Le contrôle routinier de la qualité de l'alimentation finale .

On doit formuler les prémélanges ainsi qu'on n'ajoute pas moins de 5.0 grammes Microtracer F par chaque tonne d'alimentation -, finale, au prix de quelques sous par tonne - on fait la découverte par moyen de la technique bouteille Mason en employant échantillons de 65 grammes (2¼ ozs.) de l'alimentation finale pour gagner un calcul moyen de 9 particules par essai.

L'emploi du Microtracer F Rotary Détecter permet la manutention des échantillons gros comme (17.5 oz.) en moins d'une minute. Avec ce détecteur on peut faire le contrôle de qualité routinier d'alimentation finale qui contient si peu que 1 gramme Microtracer F par tonne, ainsi qu'en principe, on réduit considérablement la dépense..

A voir: Note 1 le controle Qualitative

A voir: Note 2 le controle Quantitative

## Rendement du Mélangeur

A deux places différentes dans le mélangeur (par exemple aux bouts des mélangeurs horizontales) on doit ajouter deux Microtracers F différents a raison de 45 grammes par tonne. des échantillons a n'importe quelle place convenable de la décharge. Des essais en quadruplicata de 13 grammes (½ oz.) en employant le Mason Jar Technique produiront un compte moyen de 16 pour chacun des deux couleurs quand la mélange est finie et uniforme, un valeur déterminé a  $\pm 25\%$ , avec 95% de confiance. Le Microtracer Rotary Detector Magnetic Separator peut gagner beaucoup / de temps et améliorer la confiance analytique des valeurs d'essai de mélange.

A voir : L'Épreuve des mélangeurs horizontales des fournées.

## III. 1' Identification des produits

Il faut incorporer les 'Microtracers F en premelange ou en l' alimentation complèete ainsi que l'alimentation complété contient 5.0 grammes Microtracer F par tonne. L'examen d'échantillons de 65 grammes (2¼ ozs) par la technique bouteille Mason déterminera vite si le produit sous examen est véritablement celui dont il faut.

## MANIÈRE D'OPÉRER - 'LA TECHNIQUE BOUTEILLE MASON

### A. Les Matières

1. Une balance convenable a peser 65 grammes (2,¼ ozs.) d'alimentation.
2. Le papier filtre Whatman en cercles de 7.0 cm.
- 3- Pour l'alimentation en boulettes: un moulin %a café tel que la modele KCM Kitchen Aid.
4. Un flacon compte-gouttes qui contient 70% de méthanol
5. Un flacon Mason de 1 pinte
6. Un couvercle annulaire exprès pour le flacon Mason

### B. La Méthode

- 1. On prépare les boulettes pour l'essai en les moudrant à la solidité du melange.**
- 2. On transfère 65 grams d' alimentation complèete (ou un échantillon plus petit en proportion) au flacon Mason.**
- 3. On met le papier filtre dans le couvercle magnétique et ferme le flacon avec la couvercle.**
- 4. On remue le flacon ainsi que tout l'échantillon ait la chance de toucher le papier dans la couverture. Le remuement, roulement et renversement pendant une minute suffit généralement.**
- 5. On ôte le couvercle et la renverse avec le papier dessus et horizontal. Il faut appuyer fortement au centre du papier de sorte qu'il serre l'aimant et le souffle exempt des debris nonmagnétiques, s'il est nécessaire. On transfère 10 gouttes dalcool au centre du papier pour que l' alcool repand a l'extérieur a travers l'anneau de particules de fer attrape/es. La teinture devient dépouillée du Microtracer F en laissant des bandes de couleur**

**distinctifs en rayons.**

**6. Quand l'alcool est complètement répandu on ôte le papier au plus près horizontalement que possible en enlevant le bord au moyen d'une petite spatule. 'On le sèche sur une serviette de papier ou par préférence sur une assiette échauffée et le brosse net. On aperçoit la couleur alors pour l'identification de qualité. Il faut calculer les taches et/ou raies pour gagner le contrôle de quantité statistique.**

**Le terme total: moins de deux minutes.**

**La dimension maximume de l'échantillon: 75 grammes.**

## **MANIERE D' OPERER - LA TECHNIQUE ROTARY DETECTOR.**

### **A. Les Matières**

1. Une balance convenable a peser 65 a 500 grammes.
2. Le papier Whatman en cercles de 9.0 grammes a l'ouverture centrale de 3/16".
3. Pour l'alimentation en boulettes: un moulin a café tel que la modèle KCM Kitchen Aid.
4. Un flacon compte-gouttes qui contient 70% de méthanol.
- 5- Un Microtracer F Rotary Detector

### **B. La Méthode**

1. On prépare les boulettes pour l'essai en les monument a la solidité du me/lange.
2. On ôte le réceptacle plastique du detector en le tordant dans le sens contraire aux aiguilles d'une montre.
3. On met le papier filtre sue le pivot de l'aimant rotatrice, alors on remplace le réceptacle plastique.
4. On transfère un échantillon d'une taille propre a donner un calcul de particules pas plus élève' que 16 au réceptacle plastique. On met le détecteur en motion.
5. On interrompt le courant eletrique aussit que l echantillon ait passe à

travers le détecteur. On été le receptacle et transfere 10 gouttes d'alcool au centre du papier de sorte que l'alcool se repand a l'extérieur a travers l'anneau de particules de fer attrapées. On peut rétablir le courant d'électricité pour un instant pour améliorer la dispersion dissolvante, mais on doit limiter la vitesse pour assurer que l'aimant ne se détache de la platine. La teinture devient dépouillée du Microtracer F en laissant des bandes de couleur distinctives en rayons.

6. On ôte le papier aussitôt que l'alcool soit répandu complètement et la place sur une serviette de papier pour le sécher. On le brosse jusqu'à ce qu'il soit net. On aperçoit la couleur pour l'identification de qualité. Il faut calculer les taches et/ou les bandes de couleurs pour gagner le contrôle de quantité statistique.

**Le terms total: moins de deux minutes.**

**La dimension maximum de l'échantillon: 500 grammes.**

## AVIS

1. Un essai d'un échantillon individuel (d' un premelange complet qui rend un calcul moyen Microtracer de 9 par essai) sert qualitativement question Oui-non "Est ce que le premelange spécifiéa répondre a est présent?". Les hasards de ne pas trouver au moins une particule colorée Microtracer est moins de deux échecs par 100 essais. Un essai de nouveau coupe ce hasard d'échec a moins de 4 par 10,000 essais.\*

2. En employant le Rotary Detector, un essai des échantillons de 125 grammes de premelanges y compris 5.0 grammes Microtracer F par tonne, rendra un calcul traceur de 16. La moyenne de quatre de tels essais sera sujet à un coefficient de variation de  $\pm 12.5\%$  et avec confiance de 95%, ce calcul moyen sera déterminé' a  $-25\%$ . Nous prenons note que "Les variations analytiques recommandees sur fond de contreessai AAFCO Programme (1969) ne sont moins de  $-25\%$  pour n'importe lequel des 25 drogues signalées.

\* On fond les calculs sur l'application de la règle de Poisson, c.a.d. "The Standard Déviation equals the Square Root of the Count".

### ■ ESSAIS QUANTITATIFS AVEC MICROTRACERS-F

(Comment compter les paillettes demagnetisees)

## Introduction

Les Microtracers F (des paillettes de fer colorées et d'une taille uniforme) sont des "marqueurs inoffensifs facilement retrouvés et identifiables utilisés dans le ravitaillement de qualité des alimentations des animaux. On les a décrits autrepars en détail (1)\*.

Il y a de certaines limitations dans les méthodes décrites antérieurement pour compter les nombres de paillettes de Microtracer F, On considéra plus tard les explications de ces limitations après avoir, premièrement décrit une méthode inventée exprès tant pour circonvier ces limitations que pour permettre des comptes de 100 ou plus de paillettes de Microtracer d'être comptés dans un seul essai. Avec les comptes de 100, les coefficients d'une variation seront +/-10%, une valeur (un résultat) aussi bon que cela obtenu par beaucoup d'essais chimiques et microbiologiques pour les microingrédients dans l'alimentation des animaux.

## Méthode

### Équipement:

1. Un Microtracer Rotary Detector (un Détecteur rotatif pour les microtracers).
2. Un démagnétiseur pour l'enregistreur d'un magnétophone (une sonde tenue à main) ou un démagnétiseur de bande magnétique en gros,
3. Un gril électrique ou un chauffe-assiette.
4. Un moulin de café électrique pour mouler les boulettes d'alimentation.
5. Une nacelle en aluminium 2"- 3" de diamètre.
6. Une plaque à four en aluminium (pour des biscuits) .
7. Une petite brosse (queue de morue.)
8. Papier de filtre Whatman #1, 9cms et 15 cms; le premier avec un trou au centre de 3/16".
9. Des serviettes en papier.

10. Ethanol 50%, ou tel autre dissolvant nommé exprès pour le développement de Microtracers spécifiques.

\*1. Item L: Assurance de qualité avec les nouveaux Microtracers F.

Item N: Le Détecteur rotatif pour les Microtracers. Micro Tracers Inc.

1. On passe par le détecteur rotatif un échantillon assez grand de la partie ou des bouillottes en poudre.

2. Le Microtracer F donc retrouvé avec du fer extra est enlevé très soigneusement du détecteur rotatif en soulevant le papier de filtre de 9 cms verticalement, puis le transférant à la nacelle le balayant si nécessaire pour transférer quantitativement.

3. La sonde démagnétiseur mise en marche est lentement circulée en dessous la nacelle. Les paillettes de fer immédiatement se consolideront et suivront le chemin de la sonde. Puis on retire lentement la sonde de la nacelle, baissant à peu près 2.5 centimètres par seconde. Les paillettes de fer sont ainsi démagnétisées, et maintenant remuent comme paillettes discrètes. Gardez-les jusqu'à ce que le papier d'essai soit préparé.

Si on utilise le démagnétiseur de bande magnétique en gros, tenez-le avec la face active en dessus. Posez la nacelle sur le centre de la face (mise en marche) ainsi que pour consolider les paillettes, puis lentement on soulève la nacelle du démagnétiser. Finalement on éteint l'électricité.

4. Avec le dissolvant spécifié, on mouille complètement le papier de filtre de 15 cms. (ou plus grand) étalé sur la plaque à four, puis on enlève le dissolvant extra en appuyant une serviette en papier sec contre le papier de filtre.

Immédiatement on transfère les paillettes de fer retrouvées, de la nacelle au papier en remuant la nacelle audessus du papier tout le temps en augmentant l'angle et si nécessaire frappant doucement sur la nacelle. L'objet évident est d'étaler les paillettes aussi uniformément que possible.

Immédiatement transférez la plaque à four contenant le papier au gril électrique déjà chauffé à une température de à peu près 250° F. Chaque paillette de Microtracer F produira une tache colorée correspondante. Une fois que le papier soit sec on peut compter ces taches circulant chaque tache comptée avec un crayon.

## Limitations des Méthodes précédentes

On examine ici de certaines limitations des méthodes décrites auparavant pour compter le nombre de paillettes de Microtracer F recouvert d'un échantillon d'alimentation.

On utilise un aimant annulaire pour retrouver les Microtracers F dans les deux techniques "The Mason Jar" et "Le Détecteur rotatif". un aimant magnétique très fort se trouve à travers le vide. L'aimant maintient un champ de 1 mm qui sépare le pôle annulaire intérieur du pôle opposé qui l'entoure.

Les Microtracers F sont des paillettes d'une forme irrégulière contenant en moyenne 25,000 paillettes par gramme avec une grandeur moyenne de l'ordre de 0.4 mm. Chaque telle paillette attirée par le champ magnétique se place parallèlement au champ. Si par hasard une autre paillette s'approche à la première celle-ci aussi se place parallèlement au champ et est ainsi repoussée par la première paillette.

Ainsi ce n'est pas rare de trouver une douzaine ou plus de paillettes de Microtracer F bien arrangées dans des intervalles réguliers. également séparés à la circonférence du vide magnétique

Elles apparaissent d'être séparées une de l'autre par 2mm. à peu près sur une circonférence de 78mm.

Ainsi à peu près de 39 paillettes peuvent être déposées autour du vide avant de se doubler. Par exemple deux paillettes peuvent se joindre en longueur, la longueur totale étant toujours moins que la largeur du vide. Si deux ou plus de paillettes de Microtracer F s'attachent ceci résulte dans une inexactitude en comptant le nombre de paillettes. Ceci se passe car chaque paillette de traceur s'identifie généralement, par une tache ou une raie colorée spécifique, développée en mouillant les paillettes avec le dissolvant approprié, et chaque tel ensemble peut produire seulement une seule tache ou raie.

Ainsi il est vraisemblable que les comptes de taches ou raies colorées sont --- moins que le nombre actuel des paillettes augmentent. Cette manque de s'aligner quand il y a une concentration augmentée n'est pas un nouveau phénomène. À ce moment, cela doit arriver pour les comptes en haut de 39; à notre expérience cela peut arriver à des comptes aussi bas que 16, et peut même arriver à des comptes plus bas si la concentration de paillettes de fer en excès soit haute.

Ceci est particulièrement vrai quand on travaille avec les alimentations d'animaux qui



normalement contiennent 15-100 ppm. de paillettes de fer en excès obtenues par l'emploi de l'équipement de production. Ce fer excès se fait concurrence aux Microtraceurs F pour l'espace Magnétique, ainsi que le bien arrangé dépôt discret des Microtraceurs F est prohibée.

### Les avantages de la technique nouvelle

Comme la précision des Essais Microtraceurs est limitée par la Loi de Poisson (la déviation normale est égale à la racine carrée de la compte), il faut atteindre des comptes de 100 pour obtenir des coefficients d'une variation de +/- 10%.

Ainsi on limite les comptes à 16 par essai comme dans les méthodes antérieures, pour atteindre le +/- 10% il faut accumuler six ou sept, essais individuels.

Avec la méthode nouvelle on passe à travers le Détecteur rotatif des échantillons assez grands pour contenir 100 paillettes de Microtracer F, le fer retrouvé est démagnétisé, puis développé et compte sur une feuille de papier.

En comptant les paillettes démagnétisées de cette façon non seulement vous gagnez beaucoup de temps d'analyse en réduisant le nombre de passes par le Détecteur Rotatif mais vous augmentez la récolte de traceur de sorte que cela peut approcher 100%. Des résultats typiques sont donnés dans la table suivante.

### LA RECOLTE DE MICROTRACEUR F-BLEU DE LA FARINE DE BLE CONTENANT 26PPM. DE FER RÉDUIT

MÉTHODE RÉCOLTE	PAILLETTES AJOUTÉES no.	PAILLETTES RETROUVÉES no.	LA %
1	0	0	--
1	4	4	100
1	10	7	70
1	13	12	92
1	15	13	87
1	20	13	65

1	25	12	48
1	31	17	55
2	106	87	82
2	97	73	75
2	126	100	79
3	50	56	112
3	93	105	113
3	132	139	105

1. Le Détecteur rotatif - développant sur l'aimant.
2. La technique proposée mais sans la démagnétisation.
3. La technique proposée y compris la démagnétisation. R

## MICROTRACER F - ESSAI D'UNIFORMITÉ DE MÉlange

Temps passe sur l'essai - 1½ heures pour les comptes du nouveau procédé

### COMPTES DE MICROTRACER F - ROUGES

		Nord magnétique		Sud magnétique	
		Méthode normale	Méthode nouvelle	Méthode normale	
Methode nouvelle		60 gms.		40 gms.	
60 grms.	40 gms.				
1 minute	217	Pas d'échantillon		7	5
2 minutes	91	Pas d'échantillon		10	18
3 minutes	93	76			
16	26				
4 minutes	120	81			
54	64				
5 minutes	71	77			
68	60				

6 minutes	81	87	
68	63		
10 minutes	71	56	
74	82		
TOTALE	744	Non comparable	297
318			

COMPTES DE MICROTRACER F - BLEU

		Nord magnétique		Sud magnétique	
		Méthode normale	Méthode nouvelle	Méthode normale	
Méthode nouvelle					
		60 gms.	40 gms.		60
gms.		40 gms.			
1 minute	5		Pas d'échantillon		
100		82			
2 minutes	26		Pas d' echantillon		
118		151			
3 minutes	44		38		
81		105			
5 minutes	34		29		
79		59			
6 minutes	42		50		
71		58			
10 minutes	34		20		
53		71			
TOTALE	230		Non comparable		
588		616			

The End