

## Nutrition des plantes et des animaux, Santé et Sécurité

### Evaluation de l'utilisation des Microtraceurs <sup>TM</sup> dans un programme de tests d'aptitude

NANCY THIEX

Thiex Laboratory Solutions LLC, Brookings, SD 57006

MARK CARLSON

Micro-Tracers, Inc., San Francisco,  
CA 94124 ROBERT KIEFFER et

AMY KIEFFER Able Laboratory,  
Inc., Pikeville, TN 37367

DAVID EISENBERG et NIKOLAY

BARASHKOV Micro-Tracers, Inc., San  
Francisco, CA 94124

CHARLES RAMSEY

EnviroStat, Inc., Vail,

AZ 85641

**Contexte** : Un programme de tests d'aptitude doit utiliser des procédures de division précises afin de s'assurer que les clients reçoivent (dans une certaine mesure) des éléments de tests similaires. Lorsque les éléments de tests ne sont pas similaires, il devient impossible de séparer les variations inter laboratoires des variations des éléments de tests, et le programme ne peut atteindre ses objectifs. Il y a par conséquent un besoin critique de valider le processus de division utilisé dans la fabrication des éléments des tests.

**Objectif** : L'incorporation des Microtraceurs <sup>TM</sup> a été étudiée en vue de valider le processus de division utilisé dans le programme de tests d'aptitude de l' « Association Américaine des Contrôleurs Officiels » d'aliments pour animaux (*American Association of Feed Control Officials*) et en tant que potentiel événement de maîtrise de la qualité lors d'un cycle de production.

**Méthodes** : Les Microtraceurs ont été incorporés lors de six cycles de production. De chaque cycle, 12 éléments de tests ont été choisis au hasard pour évaluation. Les matériaux des tests d'aptitude ont été fabriqués sur la base de matières premières commercialement disponibles et d'additifs pour aliments pour animaux. Les traceurs ont été incorporés aux matières de base avec d'autres additifs, récupérés, comptés à partir d'éléments de test choisis au hasard.

**Résultats** : L'uniformité des éléments de tests a été évaluée par les deux méthodes statistiques suivantes : (1) écart-type relatif (RSD) des comptages de particules selon une distribution de Poisson et (2) test du *Chi* carré de Pearson (RSD) des comptages (sur la base de la masse) ayant varié de 2.49 à 4.13%, et les valeurs *P* de *Chi*-carré variant de 0.0097 à 0.3740 sur les six ensembles.

**Conclusions** : Les Microtraceurs ont été déterminés comme étant un outil potentiel de validation du processus de division utilisé pour fabriquer les éléments des tests d'aptitude et comme outil pour introduire des événements de maîtrise de la qualité dans la fabrication d'éléments de tests d'aptitude.

**Points forts** : Les auteurs offrent des suggestions de programmes de tests d'aptitude.

---

Reçu 27 Octobre 2018. Accepté par GL 06 Décembre 2018. Cette publication a été soutenue par l'Agreement Coopératif No. U18FD004710 de l'U.S. Food and Drug Administration (FDA). Son contenu est sous la seule responsabilité des auteurs et ne représente pas nécessairement les vues officielles de la FDA. Ce projet a été partiellement financé par des fonds fédéraux émanant d'un programme fédéral d' \$1.5 million.

Auteur de correspondance- courriel: nancy.thiex@gmail.com

DOI: Identifiant d'objet numérique <https://doi.org/10.5740/jaoacint.18-0354>

---

Réaliser des tests d'aptitude est un outil d'assurance de qualité permettant aux laboratoires de comparer leurs résultats sur des méthodes des tests aux résultats d'autres laboratoires participant au même programme. Les éléments de test sont périodiquement envoyés aux laboratoires participant pour test, les résultats de chaque laboratoire étant évalués avec ceux de ces pairs. Les tests d'aptitude sont largement considérés comme étant une composante critique des programmes d'assurance qualité des laboratoires. Les éléments des tests d'aptitude sont créés à partir d'un matériau de départ utilisant un protocole de division conçu pour générer des éléments de test aussi identiques que possible (selon les aptitudes d'échantillonnage aléatoire). Un de ces programmes est celui du programme des tests d'aptitude « Association Américaine des Contrôleurs Officiels (*American Association of Feed Control Officials AAFCO*) (<https://www.aarco.org/Laboratory/Proficiency-Testing-Program>).

- La procédure de base pour la création d'éléments de tests d'aptitude (*PT*) est de diviser une grande partie de matériau en un nombre voulu d'éléments de tests, de préférence à l'aide d'un dispositif de division rotatif. La préférence d'utiliser un diviseur rotatif pour diviser le matériau est due à l'excellent contrôle des erreurs associées au processus de division. Ces erreurs incluent celle du regroupement et ségrégation contrôlés par la sélection d'un grand nombre (centaines) d'incrémentes, exactitude de l'échantillon contrôlée au moyen d'un diviseur rotatif de conception appropriée et de l'erreur d'échantillonnage fondamentale contrôlée grâce à une masse suffisante d'éléments de test (1, 2). Chaque programme de tests d'aptitude doit avoir la confiance établie pour que les éléments de tests expédiés aux participants soient équivalents (c'est-à-dire qu'il n'y ait pas plus de variation entre les éléments que ce à quoi on pourrait s'attendre avec la distribution de probabilité aléatoire choisie). Cette variation ne peut être accomplie qu'en contrôlant les trois types d'erreur mentionnés précédemment. Si les éléments des tests ne sont pas équivalents, il devient impossible de séparer la variation inter laboratoires de la variation inter éléments des tests, et le *PT* est inefficace.

- Les **Microtraceurs**<sup>TM</sup> ont été présentés comme outil d'évaluation des performances et de l'uniformité des mélangeurs de matières premières d'aliments pour animaux (3-6). Les traceurs Microtraceurs FS sont constitués de particules en acier inoxydable colorées avec une solution hydrosoluble de qualité alimentaire ou insoluble dans l'eau (*lake*) colorants alimentaires et sont conçus pour être utilisés dans les *prémix* et aliments complets. Ils peuvent être récupérés des matières premières par séparation magnétique. Le nombre de particules est d'environ 50 000/g et la gamme de tailles de particules est de 125 à 300 microns.

- Lors de l'analyse des données de comptage de particules, il est standard de supposer une distribution de Poisson sous-jacente (7, 8; Bernotas, D., Département d'Economie, Université de Californie, San Diego, communication personnelle, 2012), avec la forme et l'emplacement de la distribution décrit par un seul paramètre  $\lambda$ . Dans cette étude, les données ciblées sont des comptages de particules de microtraceurs dans des éléments *PT* individuellement emballés qui peuvent ou non avoir été produits uniformément. Si les éléments *PT* sont suffisamment uniformes, les éléments répétés dans le cycle de production refléteront une distribution de Poisson autour d'une valeur moyenne ( $\lambda$ ) qui est le nombre de particules de traceurs ayant été initialement ajoutées par élément *PT*, mis à l'échelle en masse.

- Le modèle de distribution de Poisson décrit la moyenne des comptages, et leur variance sont tous deux égales à  $\lambda$ , l'écart type étant égal à la racine carrée de  $\lambda$  (ou  $\lambda^{1/2}$ ). Par exemple, si 400 particules (ou dans le cas des microtraceurs, des taches colorées) sont comptées un nombre infini de fois, on s'attend à obtenir un écart-type de 20 et un écart-type relatif (*RSD*) de 20/400 ou 5%. Plus le nombre de traceurs comptés est élevé, plus faible est la *RSD* attendue (Tableau 1). La variation théorique (uniquement due à celle attendue de la distribution de probabilité de Poisson) des comptages parmi les éléments de test se rapprocherait de variations proches de celles répertoriées au Tableau 1. Étant donné qu'aucun processus de division n'atteindra la perfection, les variations théoriques peuvent être utilisées comme base pour évaluer les variations observées. Une *RSD* maximale acceptable suggérée des comptages peut être établie pour déterminer si les éléments de test sont considérés comme suffisamment uniformes (Tableau 1). Si la valeur *RSD* réelle est supérieure à la limite supérieure de l'intervalle de confiance à 95%, cela pourrait indiquer une uniformité inacceptable en l'absence d'autres données de contrôle de la qualité.

-Un test de qualité de l'ajustement tel que le test du *Chi* carré de Pearson est un outil approprié pour évaluer le comptage de microtraceurs en testant si la distribution du comptage observé est significativement différente de ce que l'on peut attendre d'une distribution de Poisson vraiment aléatoire (Bernotas, D., Département d'Economie, Université de Californie, San Diego, communication personnelle, 2012). Le résultat de la valeur *P* du test du *Chi* carré estime la probabilité que l'ensemble des observations soit issu d'une population uniforme et que la variation observée entre les éléments PT soit uniquement due à une variation aléatoire de Poisson. Le résultat de la valeur *P* du test du *Chi* carré exprimé en pourcentage a été défini dans la littérature des Microtraceurs, et les valeurs *P* suggérées ont été utilisées par les schémas des Bonnes Pratiques de Fabrication (GMP) et la certification GMP + en vue d'évaluer l'uniformité des aliments pour animaux (8). Les résultats de  $P \leq 0,01$  reflètent une uniformité insuffisante (Tableau 1), les résultats de  $P \geq 0,05$  reflètent une bonne uniformité et les résultats de  $0,01 \leq P \leq 0,05$  suggèrent une uniformité marginale, ce qui peut être suspect, et une étude plus approfondie est justifiée (8).

-Les matériaux composés de particules avec des différences perceptibles dans les propriétés physiques (par exemple, la taille des particules, la densité, la rigidité ou les propriétés de surface) ont une tendance à la ségrégation des particules (4). L'uniformité de la taille des particules et la plage limitée de tailles de particules sont particulièrement critiques pour limiter la ségrégation. Ainsi, la distribution granulométrique des microtraceurs doit être comparable aux matériaux auxquels ils sont incorporés pour obtenir une incorporation uniforme. La distribution granulométrique des particules a été évaluée pour les matières premières des aliments pour animaux utilisées dans cette étude et comparée à celle des Microtraceurs.

**Tableau 1. Corrélation entre le nombre de particules, RSD attendue de fractionnements parfaits, valeurs RSD maximum pour une uniformité acceptable et limites suggérées de valeur *Chi* carré *P*.**

Nombre de particules	Moyenne long terme RSD, % attendu lorsque l'erreur de division est 0 <sup>a</sup>	RSD maximum, % pour test d'aptitude PT de quelconque unique matériau	Valeur <i>P</i> limite <i>Chi</i> carré pour test d'aptitude PT de quelconque unique matériau
200	7.0	10	>0.01
300	5.8	8.2	>0.01
400	5.0	7.0	>0.01
600	<b>4.1</b>	5.8	>0.01
800	3.5	5.0	>0.01
1100	3.0	4.3	>0.01
1600	2.5	3.5	>0.01

<sup>a</sup>: Poisson

<sup>b</sup>: Basé sur un intervalle de confiance de 95 %, n= 12, basé sur (*parametric bootstrapping*) amorçage paramétrique.

-Cette étude a été menée en vue d'étudier l'utilisation potentielle des microtraceurs FS comme outil de contrôle de la qualité pour estimer la variabilité du processus utilisé pour fabriquer des éléments PT. La variabilité des éléments de test a été évaluée en fonction de la distribution des traceurs incorporés. Si les traceurs s'avèrent être un outil utile pour évaluer l'uniformité des éléments PT, ils peuvent être appropriés comme outil de contrôle de la qualité de routine pour les programmes des tests d'aptitude et pour les processus de division pour d'autres applications.

### Matériaux expérimentaux

- Microtraceur FS Red n° 40 (AA-797).- Micro Tracers, Inc., San Francisco, CA.
- (b) Microtraceur FS Blue n° I (A-13420). – Micro Tracers, Inc.
- Matières premières pour aliments des animaux - Aliments pour volailles, lactoreplaceurs, Aliment bovins engraissement médicamenteux, aliments pour porcs médicamenteux, aliments pour bovins laitiers et aliments pour volailles. Les aliments médicamenteux pour bovins engraissement et pour bovins laitiers ont été préparés à partir des mêmes matières à des moments différents et peuvent être considérés comme des répétitions.

## Appareils

- (a) Équipement pour la préparation des matériaux des tests d'aptitude.
- (1) Broyeur à marteaux et tamis Hosokawa Micron Powder Systems Mikro Bantam
  - (2) Diviseur d'échantillon rotatif *Sepor*.-24 divisions *Sepor*, Inc. (Wilmington, CA).
- (b) Équipement pour la récupération et le comptage des microtraceurs. Balance -OHAUS, série CS200.
- (2) Séparateur magnétique Rotary Detector™ - utilisé pour récupérer le traceur des échantillons. Micro Tracers Services Europe Modèle fabriqué en Allemagne avec aimant aux terres rares.
  - (3) Flacon pulvérisateur contenant une solution d'éthanol à 50%.
- (c) Équipement pour l'analyse granulométrique - Agitateur à tamis horizontal - Humboldt Manufacturing Co. (Elgin, IL).
- (2) Tamis de test en fil tissé - Advantech Manufacturing (New Berlin, WI), sérialisé pour répondre à l'American Society for Testing and Materials (ASTM) E-11.

## Méthodes

### Préparation des matériaux des tests d'aptitude

-Six matériaux AAFCO *PT* ont été préparés à partir d'aliments disponibles dans le commerce en utilisant un aliment de base pour animaux (comme consigné au Tableau 2), incorporant un ou plusieurs additifs spécifiques (par exemple, *prémix* de vitamines, médicaments vétérinaires, minéraux) pour obtenir la variété et les concentrations d'analytes désirées dans le matériau final *PT*. Les microtraceurs FS ont été incorporés dans les matériaux *PT* avec les autres additifs. La masse cible des traceurs a été calculée pour donner un minimum de 400 particules (de tout type / couleur) par élément à tester. Le tableau 2 offre des détails sur le type et la masse de matière première de base, le type et la masse des microtraceurs, la masse moyenne calculée de l'élément de test et le nombre estimé de particules de traceurs ajoutées au volume et ajoutées par élément.

- Les matériaux A, C, D et E étaient composés d'un matériau de base d'alimentation pour animaux et d'un ou plusieurs additifs de masses plus petits. Le poids prescrit de chacun des Microtraceurs FS Red N° 40 et Microtraceurs FS Blue N° 1 a été initialement mélangé à l'un des additifs. Les matériaux *PT* ont ensuite été préparés en mélangeant proportionnellement les additifs dans le matériau de base d'alimentation pour animaux en utilisant le diviseur *Sepor*. La masse entière de l'élément *PT* mélangé a ensuite été broyée pour réduire la taille des particules en utilisant un broyeur à marteaux et tamis Hosokawa Micron Powder Systems Mikro Bantam. Le matériau broyé a été traité à travers le diviseur d'échantillons rotatif *Sepor* pour produire les éléments de test finaux.

-Le matériau B a été mélangé avec des additifs et des microtraceurs FS rouge n ° 40 et des microtraceurs FS bleu n ° I de façon similaire. Ce matériau mélangé n'a pas été cependant broyé avant le traitement final en éléments de test, car le broyage n'a pas été jugé nécessaire pour contrôler l'erreur d'échantillonnage fondamentale.

- Afin de générer le matériau F, les microtraceurs FS rouge n °40 et les microtraceurs FS bleu n °1 ont été mélangés dans une portion estimée à 0,5 kg du matériau de base. La portion contenant les traceurs a ensuite été ajoutée à l'aliment pour volailles en vrac. La masse entière a été traitée par le diviseur d'échantillon rotatif *Sepor* deux fois, en recombinaison des divisions à chaque fois avant le traitement final en éléments de test. Le matériau F était un matériau de taille de particules suffisamment petite pour lequel aucune fragmentation n'était nécessaire pour contrôler l'erreur d'échantillonnage fondamentale.

- Les matières finales en vrac (broyées, mélangées ou non) ont été divisées en utilisant le diviseur d'échantillons rotatif *Sepor*. La masse entière de matériau a été traitée à travers le diviseur plusieurs fois selon les besoins pour traiter la masse entière de matériau en vrac et

produire le nombre souhaité d'éléments de test de sous-échantillons réels. Les éléments de test ont été transférés dans des sacs en polyéthylène étiquetés et scellés à chaud.

-Au cours du processus de division final pour chacun des six matériaux, un élément de test a été sélectionné au hasard à des intervalles à peu près réguliers pour obtenir les 12 éléments de test pour le nombre de traceurs. Les éléments de test sélectionnés ont été étiquetés, emballés et expédiés à Microtracers, Inc., à San Francisco, Californie.

### Récupération des traceurs et comptage

À leur réception chez Micro Tracers, Inc., les éléments de test ont été pesés individuellement et les particules de traceur ont été récupérées et comptées. Les particules de microtraceurs FS ont été isolées magnétiquement des six matériaux d'alimentation en utilisant un séparateur magnétique à détecteur rotatif (modèle de fabrication allemande MTSE). Les traceurs récupérés ont été placés sur de grands papiers filtres mouillés avec une solution d'éthanol à 50% pour dissoudre les colorants et produire des taches colorées.

Les particules de traceur individuelles ont produit des taches colorées sur les papiers filtres, qui ont été séchés et les taches comptées. Lorsque le nombre total de comptages dépasse 200, ils dépassent le nombre qui peut être raisonnablement compté sur un papier filtre de test ; par conséquent, les comptages ont été obtenus à partir de trois sous-échantillons et les comptages ont été additionnés numériquement pour obtenir le total pour chaque élément de test.

### Distribution de la taille des particules

La distribution granulométrique a été déterminée chez Micro Tracers, Inc. pour un élément d'essai de chacun des six matériaux *PT* suivant la méthode d'essai standard pour l'analyse sur tamis (ASTM C136-06). Environ 30 g des matériaux A, B, C, D et E et environ 40 g de matériau F ont été tamisés à l'aide de cinq tamis et d'un bac de réception. Les tamis utilisés étaient les tamis standard ASTM 11 numéros 40, 100, 120, 140 et 200. Les tamis ont été assemblés les uns au-dessus des autres dans l'ordre croissant, et le matériau (portion de test) a été ajouté au tamis supérieur (tamis standard numéro 40).

Les tamis ont été agités à l'aide d'un agitateur à tamis horizontal (Humboldt Manufacturing Co.) avec un mouvement circulaire horizontal uniforme (120 tr / min) pendant 20 min. Après agitation, le contenu de chaque bac a été pesé et la masse exprimée en pourcentage de la masse de la prise de test.

**Tableau 2. Matériaux de tests d'aptitude**

AAFCO Cycle	Type de matériau	Masse totale kg	Type de microtraceur	Microtraceur g	Estimation des particules totales ajoutées	Masse calculée moyenne g	Particules approximatives pkg	Point d'addition <sup>a</sup>
<b>A</b>	Aliment Volailles	118	FS Red No. 40	3	150 000	308	390	1
			FS Blue No. 1	3	150000	308	390	1
<b>B</b>	Lacto remplaceur	95	FS Red No. 40	3	150 000	305	480	2
			FS Blue No. 1	3	150000	305	480	2
<b>C</b>	Aliment bovins engraissement médicamenteux	90.8	FS Red No. 40	3	150000	297	490	1
			FS Blue No. 1	3	150 000	297	490	1
<b>D</b>	Aliment porc médicamenteux	116	FS Red No. 40	3	150 000	303	390	1
			FS Blue No. 1	3	150 000	303	390	1
<b>E</b>	Aliment bovins laitiers	90.8	FS Red No. 40	3	150 000	297	490	1
			FS Blue No. 1	3	150 000	297	490	1
<b>F</b>	Aliment Volailles	7.2	FS Red No. 40	0.65	32 500	100	450	3
			FS Blue No. 1	0.65	32500	100	450	3

<sup>a</sup> 1= ajouté avec les additifs avant broyage 2= ajouté avec les additifs avant fractionnement, sans broyage 3= ajouté avec les pointes minérales avant fractionnement

## Calculs statistiques et traitements

Des comptages bruts par élément de test pour les microtraceurs FS rouge n ° 40 et les microtraceurs FS bleu n ° 1 ont été effectués, la moyenne et le *RSD* des comptages ont été calculés. Les deux couleurs de traceurs ont été initialement incorporées en tant que répétitions de contrôle de qualité. Cependant, pour augmenter la confiance dans le comptage (c'est-à-dire des comptes plus élevés = une précision plus élevée), les comptes rouge et bleu ont également été combinés, et la moyenne et *RSD* du nombre total calculés. Les comptages ont été exprimés sous forme de "concentration" en exprimant les résultats sur base de comptages-par-masse.

La valeur *P* du *Chi* carré de Pearson a été calculée en plus de la moyenne et de la *RSD* pour les comptages totaux en utilisant 10 degrés de liberté (12-2), les comptages d'échantillons  $X_{ij}$ , la moyenne des comptages  $\bar{X}$  et le tableau des probabilités du *Chi* carré de Pearson. (Équation 1):

$$\sum_{i=1}^N \frac{(X_i - \bar{X})^2}{\bar{X}}$$

## Résultats

La masse d'élément de test, les comptages bruts des Microtraceurs FS Red n °40, Microtraceurs FS Blue n °1 les comptages bruts totaux (rouge et bleu combinés), ceux des traceurs exprimés en masse pour les Microtraceurs FS Red n °40, Microtraceurs FS Blue n °1 et le comptage total de traceurs (rouge et bleu combinés) sont mentionnés pour chaque élément *PT* testé comme suit: au Tableau 3 pour le matériau A, aliments pour volailles; au Tableau 4 pour le matériau B, lactoreplaceurs ; au Tableau 5 pour le matériau C, aliments pour bovins à l'engraissement ; au Tableau 6 pour le matériau D, aliments pour porcins; au Tableau 7 pour les aliments de bovins laitiers; et au Tableau 8 pour l'aliment de volailles. Les moyennes, écarts types (*SD*) et *RSD* respectifs pour chacun de ces paramètres sont aussi consignés aux Tableaux 3-8.

Un résumé de la masse moyenne d'élément de test, de la masse d'élément de test *RSD*, du comptage total moyen de traceurs, du comptage de traceurs *RSD* et de la valeur *Chi*-carré *P* est rapporté pour les six matériaux au Tableau 9.

## Distribution de la taille des particules

Les résultats de la distribution granulométrique (test sur tamis) pour chacun des six matériaux sont présentés au Tableau 10. Les microtraceurs ont été essentiellement capturés entre les tamis de taille 100 et 40 (dans l'intervalle de 0,149-0,420 mm) comme prévu. Les matériaux A, C, D, E et F ont été principalement capturés entre les tamis de taille 120 et 40 (dans la plage de 0,125 à 0,420 mm). Le matériau B a démontré la plus grande diffusion dans l'intervalle de tailles de particules, avec une répartition assez uniforme sur tout l'intervalle et le plus grand pourcentage de particules plus grossières et de particules plus fines.

## Discussion

### Effet de la répartition des tailles de particules du matériau

-La comparaison de la répartition des tailles des particules de deux microtraceurs et six matériaux *PT* (voir Figure 1) comme présenté au Tableau 10, suggère que la ségrégation entre les composants du mélange devrait être relativement modérée et est compatible avec de faibles *RSD* pour les comptages rapportés au Tableau 9. Il est intéressant de noter que le *RSD* le plus élevé (4,1%) pour le nombre de traceurs et la valeur *P* la plus faible (0,0097) était pour le matériau B, le lacto remplaceur qui présentait aussi le pourcentage le plus élevé de particules >

0,420 mm et la plus grande diffusion dans la répartition granulométrique. Ces résultats « moins uniformes » pourraient être partiellement expliqués par quelques signes mineurs de ségrégation pour le matériau B: le matériau a une contribution relativement élevée de fraction grossière + 40 mailles (plus grandes que -0,42 mm).

**Tableau 3. Matériau A : volailles**

Échantillon ID	Test réel masse d'élément g	Comptage brut rouge	Comptage brut bleu	Comptage total brut	Comptage particules rouge <sup>a</sup>	Comptage particules bleu <sup>a</sup>	Comptage particules , total <sup>a</sup>
1	300	560	549	1109	572	560	1132
2	310	591	621	1212	584	613	1197
3	315	626	604	1230	609	587	1196
4	300	624	561	1185	637	573	1210
5	315	573	567	1140	557	551	1108
6	305	564	584	1148	566	586	1153
7	300	631	576	1207	644	588	1232
8	320	630	628	1258	603	601	1204
9	305	594	635	1229	596	638	1234
10	305	634	645	1279	637	648	1284
11	305	580	568	1148	582	570	1153
12	295	571	555	1126	593	576	1169
<b>Moyenne</b>	306	598	591	1189	598	591	1189
<b>Ecart type</b>	7.42	28.9	33.9	54.9	28.8	29.4	49.1
RSD, %	2.42	4.84	5.73	4.62	4.81	4.98	4.13

<sup>a</sup> Comptage des particules = (comptage manuel x masse moyenne d'élément de test.) / Masse d'élément de test.

**Tableau 4. Matériau B: Lactoreplaceur**

Echantillon ID	Test réel masse d'élément g	Comptage brut rouge	Comptage brut bleu	Comptage total brut	Comptage particules rouge <sup>a</sup>	Comptage particules bleu <sup>a</sup>	Comptage particules , total <sup>a</sup>
1	290	618	564	1182	647	590	1237
2	294	606	540	1146	626	558	1184
3	302	638	564	1202	642	568	1210
4	308	619	606	1225	611	598	1208
5	298	642	645	1287	655	658	1313
6	308	648	636	1284	638	626	1264
7	306	659	634	1293	655	630	1284
8	303	693	578	1271	694	578	1272
9	310	620	586	1206	607	574	1181
10	305	661	607	1268	658	604	1262
11	306	724	628	1352	720	624	1344
12	314	739	602	1341	714	581	1295
<b>Moyenne</b>	303	656	599	1255	655	599	1254
<b>Ecart type</b>	6.91	42.8	33.3	63.1	36.6	30.1	51.5
RSD, %	2.28	6.52	5.56	5.03	5.58	5.02	4.11

<sup>a</sup> Nombre de particules = (comptage manuel x masse moyenne d'élément de test) / masse d'élément de test.

**Tableau 5. Matériau C: Aliments pour bovins engraissement médicamenteux**

Echantillon ID	Test réel masse d'élément g	Comptage brut rouge	Comptage brut bleu	Comptage total brut	Comptage particules rouge <sup>a</sup>	Comptage particules bleu <sup>a</sup>	Comptage particules , total <sup>a</sup>
1	294	614	591	1205	601	579	1180
2	292	606	574	1180	598	567	1165
3	285	594	575	1169	600	581	1181
4	290	567	551	1118	564	548	1112
5	283	584	551	1135	595	561	1156
6	278	566	556	1122	585	575	1160
7	283	575	531	1106	584	539	1123
8	299	618	588	1206	595	566	1162
9	288	627	576	1203	628	577	1205
10	287	617	592	1209	618	593	1212
11	288	644	579	1223	643	579	1222
12	288	637	573	1210	636	572	1208
Moyenne	288	604	570	1174	604	570	1174
Ecart type	5.39	26.70	18.72	42.4	23.21	14.82	34.48
RSD, %	1.87	4.42	3.29	3.61	3.84	2.60	2.94

<sup>a</sup> Nombre de particules = (comptage manuel x masse moyenne d'élément de test) / masse d'élément de test.

### Application des microtraceurs pour valider le processus de fractionnement

-L'incorporation de traceurs dans plusieurs séries de production *PT* de matériaux *PT* représentatifs peut être utilisée pour élaborer une conclusion générale sur l'efficacité du processus de division. Les traceurs ont été incorporés dans six cycles de production de l'AAFCO de façon identique, mais certains des matériaux ont été broyés après l'incorporation du traceur et d'autres non. On pourrait faire valoir que ces préparations ne sont pas identiques et ne doivent pas être comparées, mais toutes les préparations sont représentatives du processus utilisé pour générer les matériaux AAFCO *PT*.

Six cycles de production constituent probablement une répétition minimale suffisante, mais le processus général a été illustré par cette étude.

### Application de microtraceurs comme événement de contrôle de la qualité pour la préparation d'un élément de test spécifique.

Lors de l'incorporation de traceurs en tant qu'événement de contrôle de la qualité pour évaluer un cycle de production spécifique d'éléments *PT*, deux approches statistiques indépendantes (RSD des comptages et valeur *P*) ont été évalués en vue de comparer les résultats des approches statistiques. Les résultats pour les traceurs rouges et bleus individuellement sont présentés au Tableau 11, et les résultats pour les traceurs rouges et bleus combinés sont rapportés au Tableau 12.

Lorsque les couleurs des traceurs étaient comptées séparément, la RSD avait tendance à augmenter pour les traceurs rouges et bleus, comme prévu d'après les statistiques de Poisson (Tableau 1). De plus, les données expérimentales pour tous les comptages de particules obtenues à partir de cette étude correspondaient bien aux valeurs RSD prédites par les statistiques de Poisson (Tableau 1).



**Tableau 6. Matériau D : Aliments porc médicamenteux**

Echantillon ID	Test réel masse d'élément g	Comptage brut rouge	Comptage brut bleu	Comptage total brut	Comptage particules rouge <sup>a</sup>	Comptage particules bleu <sup>a</sup>	Comptage particules , total <sup>a</sup>
1	314	567	574	1141	538	544	1082
2	301	597	578	1175	590	571	1161
3	295	614	591	1205	619	595	1214
4	309	562	565	1127	540	543	1083
5	303	636	605	1241	623	593	1216
6	308	588	572	1160	568	553	1121
7	300	622	529	1151	617	525	1141
8	299	620	570	1190	617	567	1184
9	263	543	514	1057	615	582	1196
10	289	551	533	1084	566	548	1114
11	294	627	541	1168	633	547	1180
12	293	591	539	1130	600	547	1147
Moyenne	297	593	559	1152	594	560	1153
Ecart type	13.04	31.57	27.59	50.4	33.15	22.02	46.80
RSD, %	4.39	5.32	4.93	4.37	5.58	3.94	4.06

<sup>a</sup> Nombre de particules = (comptage manuel x masse moyenne d'élément de test) / masse d'élément de test.

**Tableau 7. Matériau E. Aliments bovins laitiers**

Echantillon ID	Test réel masse d'élément	Comptage brut rouge	Comptage brut bleu	Comptage total brut	Comptage particules rouge <sup>a</sup>	Comptage particules bleu <sup>a</sup>	Comptage particules , total <sup>a</sup>
1	295	646	555	1201	636	546	1182
2	294	638	555	1193	629	547	1176
3	287	605	585	1190	613	592	1205
4	296	620	609	1229	608	597	1205
5	281	589	560	1149	609	579	1188
6	279	550	527	1077	572	548	1120
7	285	606	612	1218	617	623	1240
8	296	570	543	1113	558	532	1090
9	288	597	598	1195	601	602	1203
10	281	595	546	1141	614	563	1177
11	303	652	592	1244	625	567	1192
12	298	654	598	1252	638	583	1221
Average	290	610	573	1184	610	573	1183
SD	7.75	32.97	28.81	53.5	23.96	27.39	41.39
RSD, %	2.67	5.40	5.03	4.52	3.93	4.78	3.50

<sup>a</sup> Nombre de particules = (comptage manuel x masse moyenne d'élément de test) / masse d'élément de test.

## Conclusions

-Les microtraceurs ont le potentiel d'être utilisés pour compléter les tests analytiques pour établir l'uniformité des éléments *PT*. Ils sont peu coûteux à incorporer. La récupération et le comptage peuvent être effectués très rapidement, de sorte que les résultats peuvent être disponibles pour prendre des décisions avant expédition. L'incorporation de traceurs peut être une première étape pour assurer l'uniformité des divisions, alertant sur le programme des problèmes de division. L'incorporation de microtraceurs est un test d'uniformité « *difficile* », donc si les matériaux réussissent le test d'uniformité, un programme *PT* peut être raisonnablement sûr que les processus de division étaient acceptables.

Les auteurs concluent qu'il n'est pas nécessaire d'incorporer deux types de traceurs, mais que le (s) type (s) et le nombre incorporés devraient être basés sur les objectifs ou les critères du programme.

-L'incorporation de Microtraceurs a deux applications pour les programmes des tests d'aptitude. La première application, telle que présentée ici est la validation de la procédure de division utilisée pour générer des éléments de test. Pour cette application, la division de la variance sur plusieurs cycles de production serait évaluée. La deuxième application serait une application de contrôle de la qualité pour prendre une décision sur l'acceptabilité d'un cycle de production spécifique avant qu'il ne soit expédié aux clients. Pour cette application, des statistiques RSD et / ou *Chi-carré* pourraient être utilisées (en plus d'autres données) pour déterminer l'acceptabilité d'une nouvelle série d'éléments - *PT*.

**Tableau 8. Matériau F : Aliments de volailles**

Echantillon ID	Test réel masse d'élément g	Comptage brut rouge	Comptage brut bleu	Comptage total brut	Comptage particules rouge <sup>a</sup>	Comptage particules bleu <sup>a</sup>	Comptage particules , total <sup>a</sup>
1	103	833	702	1535	841	709	1550
2	105	892	701	1593	889	698	1587
3	107	905	770	<b>1675</b>	878	747	1625
4	101	855	721	1576	878	740	1618
5	107	864	747	1611	841	727	1569
6	108	883	769	1652	854	744	1598
7	100	802	750	1552	832	778	1611
8	107	868	749	1617	848	731	1579
9	107	817	706	1523	799	690	1489
10	101	844	713	1557	874	738	1613
11	101	843	733	1576	872	758	1631
12	104	884	694	1578	886	696	1582
Average	104	858	730	1587	858	730	1588
SD	2.87	31.15	27.04	45.5	26.76	27.01	39.47
RSD, %	2.76	3.63	3.71	2.86	3.12	3.70	2.49

<sup>a</sup> Nombre de particules = (comptage manuel x masse moyenne d'élément de test) / masse d'élément de test.

**Tableau 9 .Résumé de la masse, du comptage des particules, RSD, *Chi-square* et probabilité Poisson pour les éléments - *AAFCO PT***

Série	Type de matériau	Réel, g	Test masse élément, RSD, %	Moyenne comptage total traceur	Comptage total traceur , RSD, %	<i>Chi-carré</i> valeur <i>P</i>
A	Aliment de volailles	306	2.42	1189	4.13	0.0137
B	Lacto replaceur	304	2.28	1255	4.11	0.0097
C	Aliments bovins engraissement médicamenteux <sup>a</sup>	288	1.87	1173	2.94	0.3460
D	Aliment porc, médicamenteux	297	4.39	1153	4.06	0.0219
E	Aliment bovins	290	2.67	1183	3.50	0.1020

	engraissement / laitier					
F	Aliments de volailles	104	2.76	1588	2.49	0.3740
C et E combinés	Aliments bovins engraissement / laitier	289	2.12	1178	3.15	0.2170

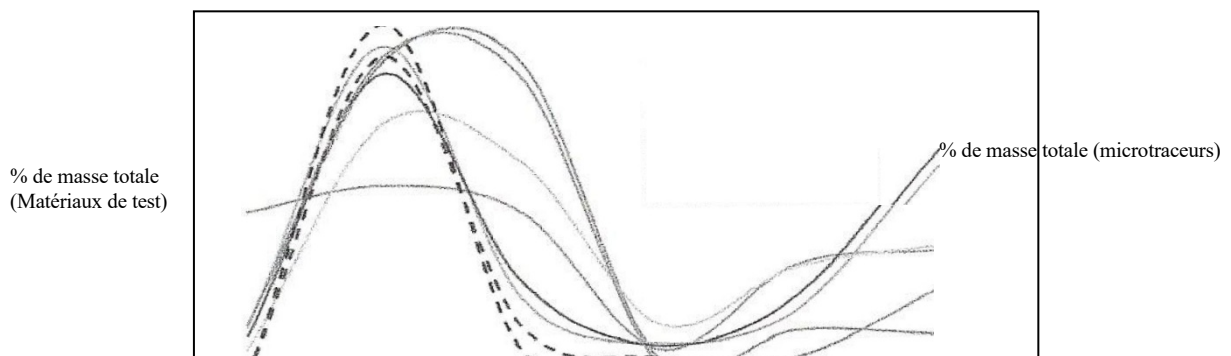
<sup>a</sup> Préparés à partir des mêmes matériaux, peuvent être considérés comme des répétitions

**Tableau 10. Taille des particules par matériau**

Numéro de tamis standard	Taille des tamis					
	+40	-40/+100	-100/+120	-120/+140	-140/+200	-200
Gamme de taille de particules, mm	>0.420	0.149-0.420	0.125-0.149	0.105-0.125	0.074-0.105	<0.074
Matériau	Répartition de la taille des particules, % de la masse totale					
Microtraceur A-13420 (FS-Blue No. 1)	0.00	90.57	6.35	2.67	0.37	0.04
Microtraceur AA-797 (FS-Red No. 40)	0.06	81.64	12.70	4.41	1.19	0.00
A, Aliment de volailles	6.62	40.2	<b>40.22</b>	2.05	5.76	5.15
B, Lactoremplacéur	21.15	24.50	<b>21.00</b>	3.32	14.16	15.87
C. Aliments bovins engraissement médicamenteux	6.45	42,24	<b>9.98</b>	4.16	8.37	27.8
D .Aliment porcins	3.39	32.33	<b>27.42</b>	6.63	13.83	16.39
E, Aliment bovins laitiers	5.18	38.7	<b>12.06</b>	3.78	10.15	30.13
F, Aliment de volailles	6.71	40.8	<b>38.28</b>	1.32	2.22	10.67

Les traceurs n'ont pas les mêmes propriétés physiques, chimiques, microbiologiques ou radiologiques qu'un analyte, ils peuvent donc ne pas se comporter de la même manière que tous les analytes d'intérêt et imiteront certains analytes plus que d'autres. Chaque analyte dispose cependant aussi de caractéristiques différentes, de sorte que le test d'un analyte ne peut pas être extrapolé à d'autres avec des propriétés différentes. Si quelques grammes de traceurs peuvent être incorporés dans 100 kg de matière et divisés avec succès en 400 éléments de test, c'est une bonne validation du protocole de fractionnement.

**Figure 1. Répartition des tailles de particules des matériaux PT et des produits Microtraceurs**



Numéro de tamis standard

**Légende :****A :** Aliment de volailles**B :** Lactoremplacéur**C :** Aliments bovins engraissement médicamenteux**D :** Aliment porc**E :** Aliment Bovins laitiers**F :** Aliment de volailles

----Microtraceurs FS bleu N° 1

----Microtraceurs FS rouge N° 40

**Tableau 11. Évaluation par traceurs rouges et bleus par approche statistique.**

Matériau	Microtraceurs rouge					Microtraceurs Bleus				
	Moyenne comptages rouge	Nombre de particules rouges RSD %	RSD réussi / échec basé sur Tableau 1	Chi carré Valeur P	Valeur P réussi / échec basé sur Tableau 1	Moyenne comptage s bleus	Nombre de particules rouges RSD %	RSD réussi / échec basé sur Tableau 1	Chi carré Valeur P	Valeur P réussi/ échec
A Aliment de volailles	598	4.81	Réussi	0.1209	Réussi	591	4.98	Réussi	0.0909	Réussi
B. Lactoremplacéur	656	5.56	Réussi	0.0122	Marginal	599	5.02	Réussi	0.0841	Réussi
C. Aliments bovins engraissement	604	3.84	Réussi	0.4608	Réussi	570	2.60	Réussi	0.9397	Réussi
D. Aliment porc	594	5.58	Réussi	0.0266	Marginal	560	3.94	Réussi	0.4935	Réussi
E. Aliment bovins laitiers	610	3.93	Réussi	0.4048	Réussi	573	4.78	Réussi	0.1551	Réussi
F. Aliment de volailles	858	3.12	Réussi	0.5136	Réussi	730	3.70	Réussi	0.3639	Réussi
C et E combinés Aliments bovins /engraissement et laitier	1214	3.22	Réussi	0.1817	Réussi	1143	2.12	Réussi	0.8421	Réussi

**Tableau 12. Evaluation par matériau pour les comptages combiné par approche.**

Matériau	Moyenne total comptage brut	Nombre total de particules RSD%	RSD Réussi/ échec	Chi carré Valeur P	Valeur P réussi/ échec
A Aliment de volailles	1189	4.13	Réussi	0.0137	Marginal
B. Lactoremplacéur	1255	4.11	Réussi	0.0097	Echec
C. Aliments bovins engraissement	1174	2.94	Réussi	0.3460	Réussi
D. Aliment porcins	1152	4.06	Réussi	0.0219	Marginal
E. Aliment bovins laitiers	1184	3.50	Réussi	0.1020	Réussi
F. Aliment de volailles	1588	2.49	Réussi	0.3740	Réussi
C et E combinés Aliments bovins /engraissement et laitier	1178	3.15	Réussi	0.2170	Réussi

Les programmes doivent d'abord établir que les microtraceurs conviennent à leurs matériaux. Le cas échéant, le traceur adéquat doit être sélectionné, les statistiques appropriées établies et des critères de réussite / échec spécifiques établis adaptés à l'objectif prévu.

- Bien que les microtraceurs se soient révélés être un bon outil pour évaluer les performances de division, d'autres techniques ne doivent pas être abandonnées. Une autre technique très simple mais efficace qui pourrait être utilisée consiste à évaluer la variance des masses d'éléments de test. Si les masses ne sont pas cohérentes dans des limites acceptables prédéterminées, des "tests d'homogénéité" supplémentaires ou un contrôle de qualité ne sont probablement pas garantis.

Les RSD des masses d'éléments *PT* AAFCO variaient entre 1,87 et 2,76% à l'exception de l'élément test D, pour lequel un RSD de 4,39% a été observé. Des masses devraient être collectées pour les éléments aléatoires à chaque cycle de production, et le programme *PT* devrait établir les limites de variation acceptable de la masse d'élément.

- Les auteurs proposent les suggestions suivantes pour les programmes de *PT*:

- (1) Les poids aléatoires doivent être enregistrés comme un contrôle qualité (CQ) de routine et évalués pour chaque cycle de production, cartographiés, évalués pour acceptabilité, et évalués pour les tendances.
- (2) Les traceurs, tels que les traceurs Microtraceur FS, ont un potentiel pour la validation de process. Ils peuvent être incorporés dans les matériaux utilisés pour préparer les cycles de *PT* et évalués dans un ensemble d'éléments de *PT* sélectionnés au hasard pour constituer l'ensemble de validation, et les décomptes peuvent être utilisés pour élaborer des conclusions sur l'acceptabilité générale du processus de division (validation du processus).
- (3) Les traceurs, tels que les traceurs Microtraceur FS, peuvent être incorporés en tant qu'événement de contrôle de qualité de routine pour surveiller l'uniformité des divisions au cours d'une production. L'évaluation du cycle de production actuel par rapport aux cycles de production antérieurs fournit un mécanisme pour surveiller les processus et les tendances incontrôlables.

## Références

- (1) Association of American Feed Control Officials (AAFCO) (2015). *Guidance on Obtaining Defensible Samples: GOODSamples*, AAFCO, Champaign, IL, <https://www.aafco.org/Publications/GOODSamples> (accessed on January 8, 2019)
- (2) Association of American Feed Control Officials (AAFCO) (2018). *Guidance on Obtaining Defensible Test Portions: GOOD Test Portions*, AAFCO, Champaign, IL, <https://www.aafco.org/Publications/GOODTestPortions> (accessed on January 8, 2019)
- (3) Calderon, Ambrozio, M., Machado, M., & Zinn, R. (2000) *Use of Microtracers as a Reliable and Inexpensive Tool for Rapid Assessment of Microingredient Distribution in Diets for Feedlot Cattle: Molasses and Forage Level Effects*, Utilisation des microtraceurs comme outil fiable et peu coûteux pour l'évaluation rapide de la distribution des micro ingrédients dans les régimes des bovins d'engraissement: effets sur les mélasses et le taux de fourrage, Proceedings of Western Section, American Society for Animal Science, 51.
- (4) Djuragic, O., Levic, J., Sredanovic, S., & Levic, L. (2009) *Archiva Zootechnica* 12, 85-91
- (5) Eisenberg, S., & Eisenberg, D. (1994) in *Feed Manufacturing Technology IV*, American Feed Industry Association, Arlington, VA, pp 498-499
- (6) Eisenberg, D.A. (1992) *Adv. Feed Technol.* 7, 78-85
- (7) Eisenberg, D. (1994) *International Milling Flour and Feed* 188, 31-33

- (8) GMP-F International (2017) Appendix GMP-t- BA2 Control of Residues (version 01.07.2017), <https://www.gmpplus.org/media/2276/gmpplus-ba2-en-20180701.pdf> (accessed on January 8, 2019)